

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

NÁVRH A TESTOVÁNÍ VHODNÉ METODIKY PRO ČIŠTĚNÍ POVRCHŮ PREPARÁTŮ IN SITU PRO ELEKTRONOVOU MIKROSKOPII POMALÝMI ELEKTRONY

DESIGN AND TESTING OF METHODOLOGY FOR IN SITU
SAMPLE CLEANING FOR LOW VOLTAGE ELECTRON MICROSCOPY

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. ZDENA DRUCKMÜLLEROVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. MIROSLAV KOLÍBAL, Ph.D.

ŠKOLITEL SPECIALISTA
SUPERVISOR SPECIALIST

Ing. TOMÁŠ VYSTAVĚL, Ph.D.

BRNO 2012

Abstrakt

Tato práce se zabývá metodikou přípravy polovodičových vzorků pro pozorování dopovaných struktur v rastrovacím elektronovém mikroskopu pomalými elektrony. V první části je podrobně zpracována teorie zobrazování povrchů pomocí elektronového svazku a rozdíl klasické rastrovací elektronové mikroskopie (SEM) a rastrovací elektronové mikroskopie pomalými elektrony (LVSEM). Je vysvětlen vznik kontrastu v SEM i LVSEM i teorie popisující vznik kontrastu různě dopovaných polovodičů. Druhá část obsahuje naměřená experimentální data. Jsou diskutovány výhody a nedostatky přípravy povrchu štípáním i fokusovaným iontovým svazkem (FIB), který byl shledán jako nejlepší způsob přípravy povrchu pro analýzu přesně určeného místa na vzorku. Nutné je použití co nejnižšího urychlovacího napětí závěrečného leštění FIB, ideálně 1 kV.

Summary

This thesis concentrates on the methodology of semiconductor samples preparation for low voltage scanning electron microscopy. In the first part a detailed theory of sample imaging using electron beam and difference between classical scanning electron microscopy (SEM) and low voltage scanning electron microscopy (LVSEM) is described. It is given a description of a contrast formation in SEM and LVSEM and theories describing a contrast formation of differently doped semiconductors. The second part contains experimental data. The advantages and disadvantages of cleavage and focused ion beam (FIB) milling as sample preparation techniques are discussed. FIB was found as the best method for sample preparation for the analysis of precisely defined location on the sample. It is necessary to use the lowest possible FIB accelerating voltage for final polishing, ideally 1 kV.

klíčová slova

kontrast dopantů, štípání, FIB, plasmatické čištění, elektronová mikroskopie pomalými elektrony

key words

dopant contrast, cleavage, FIB, plasma cleaning, low voltage electron microscopy

DRUCKMÜLLEROVÁ, Z. *Návrh a testování vhodné metodiky pro čištění povrchů preparátů in situ pro elektronovou mikroskopii pomalými elektrony*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012. 60 s. Školitel: Ing. Miroslav Kolíbal, PhD.

Prohlašuji, že jsem napsala diplomovou práci *Návrh a testování vhodné metodiky pro čištění povrchů preparátů in situ pro elektronovou mikroskopii pomalými elektrony* samostatně pod vedením mého školitele Ing. Miroslava Kolíbala, PhD., s použitím zdrojů uvedených v seznamu použité literatury.

15. května 2012

Zdena Druckmüllerová

Děkuji svému školiteli Ing. Miroslavu Kolíbalovi, PhD., a školiteli specialistovi Ing. Tomáši Vystavělovi, PhD., za jejich cenné rady a připomínky a za čas, který mi věnovali. Děkuji firmě FEI Company za to, že mi umožnila zpracovat tuto práci ve své firmě a umožnila měření na potřebných přístrojích. Dále děkuji všem zaměstnancům firmy FEI Company, kteří mi byli při měřeních nápomocní, obzvláště pak Ing. Zdeňku Královi, PhD., a Ing. Janu Kratochvílovi, PhD.

Zdena Druckmüllerová

Obsah

1	Úvod	3
2	Metody měření koncentrace dopantů v polovodičích	5
3	Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)	7
3.1	Princip SEM	7
3.2	Interakce elektronů se vzorkem	8
4	Rastrovací elektronová mikroskopie pomalými elektrony (LVSEM)	10
4.1	Vliv energie elektronového svazku na zobrazení	10
4.2	Princip kontrastu v obrazu LVSEM	12
4.3	Kontrast dopovaných polovodičů	15
4.3.1	Princip vzniku kontrastu	16
4.3.2	Vliv energie elektronového svazku	19
5	Metody přípravy vzorku pro pozorování dopovaných polovodičů pomocí LVSEM	22
5.1	Štípání	22
5.2	Řez fokusovaným iontovým svazkem	22
5.2.1	Fokusovaný iontový svazek (FIB)	23
5.2.2	Vliv použití FIB při přípravě vzorků na kontrast různě dopovaných oblastí v LVSEM	24
5.2.3	Ochrana povrchové vrstvy vzorku před poškozením FIB	24
5.2.4	Dvousvazkový systém elektronového mikroskopu	25
5.3	Řez fokusovaným iontovým svazkem a následné čištění širokým iontovým svazkem	26
5.4	Čištění povrchu plasmatickým výbojem	26
5.4.1	Mechanismus plasmatického čištění	26
6	Zpracování obrazů dopovaných polovodičů vytvořených v LVSEM	28
6.1	Numerické metody analýzy obrazů různě dopovaných polovodičů	28
6.1.1	Vstupní data	28
6.1.2	Referenční oblast	28
6.1.3	Kontrast různě dopovaných vrstev	29
6.2	Vytvoření profilové křivky dopování	29
6.2.1	Postup při analýze obrazů	29

7	Naměřená experimentální data	32
7.1	Struktura testovacího vzorku	32
7.2	Experimentální zařízení	33
7.3	Štípání	33
7.4	Plasmatické čištění a jeho délka	36
7.4.1	Plasmatické čištění in situ	36
7.4.2	Plasmatické čištění ex situ argonovým plasmatem	39
7.4.3	Srovnání vlivu plasmatického čištění in situ a ex situ na analýzu dopovaných vrstev	41
7.4.4	Analýza povrchových vrstev vzniklých plasmatickým čištěním rent- genovou spektroskopií	41
7.5	Analýza kontaminace povrchu rastrováním a její vliv na emisi SE	44
7.5.1	Vliv tlaku v komoře mikroskopu na plasmatické čištění	45
7.6	Vliv pracovní vzdálenosti na kontrast různě dopovaných oblastí	49
7.7	Řez pomocí FIB	50
7.7.1	Postup přípravy povrchu pomocí FIB	50
7.7.2	Vliv energie FIB závěrečného leštění na kontrast dopovaných vrstev	51
7.7.3	Vliv opakovaného rastrování elektronovým svazkem po povrchu při- praveném FIB na emisi SE	52
7.7.4	Plasmatické čištění in situ po povrchu připraveném FIB a jeho vliv na emisi SE	52
8	Závěr	55
	Literatura	57
	Použité zkratky	60

Kapitola 1

Úvod

Polovodičové součástky jsou v dnešní době nezastupitelné ve všech elektronických zařízeních. Velikost jednotlivých součástek se stále zmenšuje, což vyžaduje nejen velice přesnou výrobu, ale i možnost zkontrolovat kvalitu vyrobených dílů. V současnosti mají struktury v elektronice rozměry až desítek i jednotek nm. Analýza rozměru a koncentrace dopantů polovodičových struktur těchto rozměrů dosud nebyla uspokojivě vyřešena. V současné době je známo několik metod, které tuto analýzu umožňují. Jedná se o elektronovou holografii, hmotnostní spektroskopii sekundárních iontů, rastrovací sondovou mikroskopii, výběrové leptání dopovaných struktur, rastrovací elektronovou mikroskopii a některé další. V druhé kapitole je uveden přehled těchto metod, jejich výhod a nedostatků. Některé tyto metody neumožňují zobrazení povrchu, což znemožňuje analýzu přesně vybraného místa na vzorku. Také je často zapotřebí časově náročná a přesná příprava vzorku vyžadující zkušeného pracovníka, což je pro aplikace v průmyslu neakceptovatelné. Rastrovací elektronová mikroskopie umožňuje pozorování povrchu s dostatečným rozlišením a není příliš časově náročná. Je schopna rozlišit široké rozpětí koncentrace dopování. Proto je jí v současné době věnována značná pozornost.

Rastrovací elektronová mikroskopie používá k pozorování povrchu svazek elektronů. Princip zobrazení elektronovým svazkem a interakce elektronového svazku se vzorkem jsou předmětem třetí kapitoly. Klasická rastrovací elektronová mikroskopie (SEM) používá svazek elektronů s energií desítek keV. Mnohé studie i teoretické modely ukázaly, že pro rozlišení různě dopovaných oblastí je zapotřebí použít svazku elektronů s energií pouze několika keV. Rozdíly klasické rastrovací mikroskopie a rastrovací mikroskopie pomalými elektrony (LVSEM) jsou podrobně popsány ve čtvrté kapitole. Je zde popsán vliv energie svazku na zobrazení a princip vzniku kontrastu v obrazech LVSEM. Princip vzniku kontrastu různě dopovaných polovodičů není dosud zcela pochopen. Jsou vedeny tři nejdůležitější teorie, které jej vysvětlují. V závěru kapitoly je diskutován vliv energie elektronového svazku na zobrazení dopovaných polovodičů v LVSEM.

Příprava povrchu vzorku pro pozorování dopovaných polovodičů v LVSEM zásadně ovlivní pozorovaný kontrast různě dopovaných oblastí. Cílem této práce bylo experimentálně nalézt nejvhodnější metodu přípravy povrchu polovodičových vzorků tak, aby kontrast dopovaných struktur byl maximální. Kapitola pátá seznamuje s jednotlivými metodami, které se dají při přípravě vzorků pro pozorování v LVSEM použít. Jedná se o štípání, řez fokusovaným iontovým svazkem (FIB) a další úpravu takto připravených vzorků pomocí širokého iontového svazku a plasmatického čištění. Je popsán iontový svazek, jeho interakce s povrchem pevné látky a především jeho vliv na kontrast různě dopovaných struktur pozorovaných v LVSEM.

Důležitou úlohu při analýze dopovaných polovodičů hraje zpracování pořízených obrazů. Postup zpracování obrazů, který jsem zvolila na zpracování naměřených dat, je popsán v šesté kapitole. Je zde také definován kontrast různě dopovaných vrstev, který jsem používala při srovnávání obrazů dopovaných vrstev na testovacím vzorku, jehož povrch byl upraven různými metodami.

Sedmá kapitola obsahuje výsledky experimentů a jsou popsány pozorovací podmínky. Bylo provedeno měření na štípaném vzorku, pozorován vliv plasmatického čištění in situ a ex situ na obraz v LVSEM a na jeho změnu při opakovaném rastrování po povrchu. Dále jsou prezentovány výsledky pokusů, při kterých byl povrch před pozorováním upraven fokusovaným iontovým svazkem a je diskutován vliv plasmatického čištění na takto připravený povrch.

Kapitola 2

Metody měření koncentrace dopantů v polovodičích

Tato diplomová práce se zabývá měřením úrovně dopantů pomocí mikroskopie nízkoenergií elektronů. Protože měření koncentrace dopantů v polovodičích je obecně obtížné, zvláště pak kvantitativně, výzkumné skupiny řeší tento problém různě. Na tomto místě je uveden přehled některých metod, jejich výhody a nedostatky.

Elektronová holografie

Jedním z hlavních problémů v analýze dopovaných polovodičů je přesné prostorové určení p-n přechodů a různě dopovaných oblastí. Vysoké prostorové rozlišení vykazuje transmisní elektronový mikroskop (TEM).

TEM-holografie je založena na změnách vnitřního elektrostatického potenciálu polovodiče, který se mění se změnou koncentrace dopantů [23]. Fázový posun elektronové vlny průchodem pevnou látkou je určen vnitřním potenciálem, jehož hodnota je pro křemíkový monokrystal asi 12 V [25]. Změna potenciálu v p-n přechodu je asi 1,1 V. Změna potenciálu změní fázi elektronové vlny, nezmění však amplitudu. Proto v TEM nevznikne v místě přechodu změna kontrastu. V TEM-holografii interferuje elektronová vlna referenční, která prošla pouze vakuem mimo vzorek, s elektronovou vlnou, která prošla vzorkem, kde došlo ke změně její fáze. Zaznamenaný hologram je poté zpracován algoritmem obsahujícím Fourierovu transformaci, filtrovací funkce a oddělení informací o amplitudě a fázi vlny. Obraz změny fáze vlny potom udává změnu koncentrace dopantů v polovodiči.

Metoda se vyznačuje vysokou rozlišovací schopností, její nevýhodou je náročná příprava vzorku, která musí být velmi přesná. Je potřeba vyříznout ze vzorku tenkou fólii o tloušťce 200 – 300 nm s místem, které chceme zkoumat [25]. Toto místo musí být co nejblíže okraje vzorku, aby vzájemná vzdálenost interferujících vln byla co nejmenší.

Hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů (SIMS)

Hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů (SIMS, z angl. *secondary ion mass spectroscopy*) využívá svazku iontů s energií 0,2 keV až 20 keV k odprášení částic (atomy, shluky atomů, ionty) studovaného materiálu [1]. Některé z těchto částic jsou během odprašování ionizovány, čímž vznikají tzv. sekundární ionty. Ty prochází přes hmotnostní filtr na detektor. Tato metoda má velmi nízký detekční limit, umí zaznamenat i jednu částici z milionu. Postupným odprašováním povrchových vrstev a jejich analýzou je možné hloubkové profilování. Hloubkové rozlišení je pod 1 nm, podélné až 20 nm [1].

SIMS je označována jako nejlepší metoda pro kvantifikaci úrovně dopování ve velmi širokém dynamickém rozsahu [7]. Někdy ale bývá obtížné rozlišit ionty podobných hmotností. V případě hloubkového profilování, což je případ měření koncentrace dopantů v polovodičích, klesá citlivost a rozlišení metody s rostoucí hloubkou. To může změnit zjištěnou koncentraci dopantů. Srovnáním SIMS 1D-profilu kalibrovaného SIMS standardním vzorkem a intenzity obrazu pozorované v rastrovacím elektronovém mikroskopu by mělo být možné kvantifikovat úrovně dopování, zatím je však tato metoda předmětem výzkumu [7].

Rastrovací sondová mikroskopie (SPM)

Rastrovací sondová mikroskopie (SPM, z angl. *scanning probe microscopy*) zahrnuje mikroskopické techniky, které zkoumají vzorek pomocí určité sondy, rastrující povrch vzorku. Jedná se o tunelovou mikroskopii, mikroskopii atomárních sil a další. V tunelové mikroskopii je sondou kovový hrot, rastrující nad povrchem ve vzdálenosti několika nm až pm. Je měřen proud elektronů tunelujících z povrchu do hrotu či naopak. V mikroskopii atomárních sil je sondou hrot umístěný na raménku, které může kmitat. Měřena je síla, kterou povrch přitahuje hrot. Detailní popis metod viz [28].

Tyto metody umožňují 2D-profilování dopantů s dobrým prostorovým rozlišením [12]. Vyžadují precizní přípravu vzorku a speciální algoritmus na zpracování naměřených dat, abychom dostali korektní 2D-profil dopantů. Jedná se proto o časově náročné metody.

Výběrové leptání dopovaných struktur (DSE)

Při výběrovém leptání dopantů (DSE, z angl. *dopant selective etching*) se používá směs HF a oxidačního činidla (např. směs HF, HNO_3 a CH_3OOH je vhodná pro křemík), která leptá danou oblast tím více, čím je koncentrace volných nosičů náboje větší [2]. Toto leptání, následované pozorováním mikroskopem atomárních sil nebo rastrovacím elektronovým mikroskopem, je vhodné pro rychlou kvalitativní analýzu 2D-profilů dopovaných polovodičů.

Omezení této metody spočívají ve špatné kontrole podmínek leptání a s tím spojené obtížné reprodukování naměřených dat. Princip různé intenzity leptání různě dopovaných polovodičů stále není zcela pochopen, což také znesnadňuje interpretaci výsledků [2].

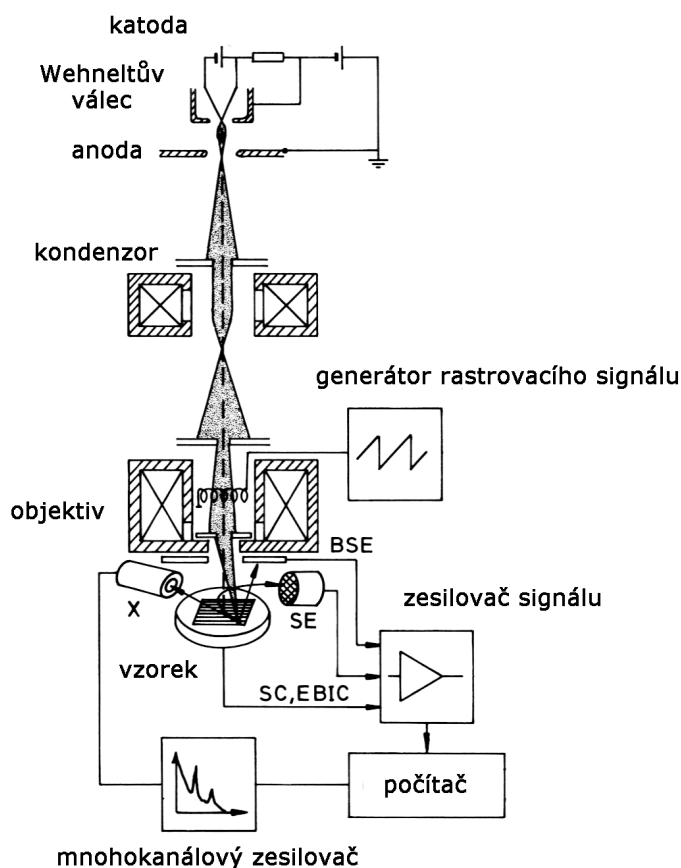
Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)

Analýza dopovaných polovodičů pomocí rastrovací elektronové mikroskopie je hlavní náplní této diplomové práce. Výhody a nevýhody použití této metody, jakož i vhodná metodika přípravy vzorků je podrobně popsána v dalších kapitolách.

Kapitola 3

Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)

3.1 Princip SEM



Obrázek 3.1: Princip rastrovacího elektronového mikroskopu. Podle [26].

Aparatura rastrovacího elektronového mikroskopu je schematicky znázorněna na obr. 3.1. Elektrony z katody (žhavené vlákno, studené vlákno emitující elektrony pomocí silného elektrického pole (FEG, z angl. *field emission gun*) nebo Schottkyho zdroj elektronů)

jsou urychleny napětím v rozmezí 1 – 50 kV mezi katodou a anodou. Nejmenší průměr svazku u zdroje je 10 – 50 μm pro žhavené zdroje a 1 – 100 nm pro FEG [26]. Je-li zdrojem elektronů žhavené vlákno, prochází za katodou svazek Wehneltovým válcem, čímž dochází k prostorovému omezení svazku na otvor anody. Poté je svazek fokusován soustavou dvou až tří elektromagnetických čoček, čímž je jeho průměr zmenšen na 1 – 10 nm, což je průměr svazku dopadajícího na vzorek. Proud dopadajících elektronů může být nastaven v rozsahu desítek nA až desítek pA [26]. Mezi kondenzorovou čočkou a poslední čočkou tvořící výsledný profil svazku (tzv. objektivem) se nachází vychylovací cívky, pomocí kterých svazek rastruje po povrchu vzorku. Rastrování musí být synchronizováno s generátorem rastrovacího signálu.

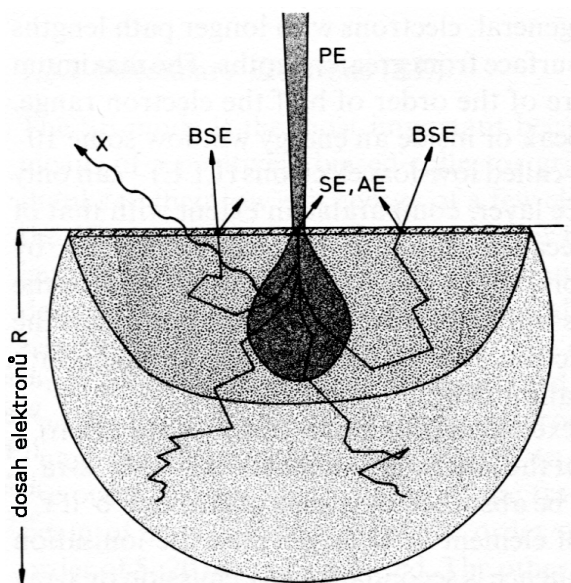
Po dopadu elektronového svazku na vzorek jsou emitovány sekundární elektrony (SE), zpětně odražené elektrony (BSE, z angl. *backscattered electrons*) a rentgenové záření (X) (viz kap. 3.2), které mohou být následně detekovány pomocí detektorů (viz [26] str. 176). Dále může být analyzován proud procházející vzorkem (SC, z angl. *specimen current*) a u mikroskopie polovodičů proud vyvolaný dopadajícím svazkem (EBIC, z angl. *electron-beam induced current*, viz [26] str. 6). Tyto analyzované signály jsou zesíleny a přes mnohokanálový analyzátor jsou vedeny do počítače, kde jsou dále zpracovány. Na základě synchronizace rastrovacích impulsů se signálem detektoru je vytvořen výsledný obraz, který je zobrazen na monitor.

3.2 Interakce elektronů se vzorkem

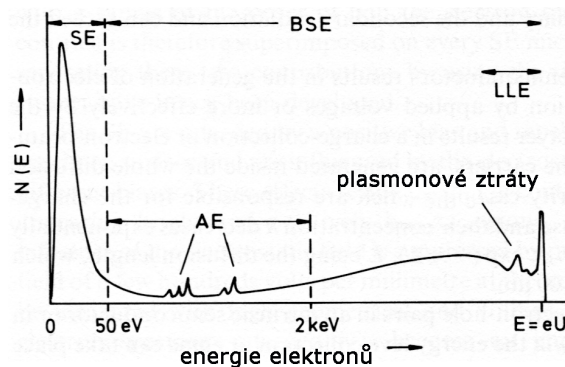
Svazek primárních elektronů (PE) dopadá s energií $E = eU$ v řádu $10^{-1} - 10^1$ keV na povrch materiálu a proniká pevnou látkou do hloubky podstupujíc pružné a nepružné srážky s atomy vzorku. Těmito srážkami elektrony postupně ztrácí svou energii a mění svůj směr, čímž dochází k podélnému rozptylu svazku (viz obr. 3.2 a 4.2). Důsledkem postupné ztráty energie je konečný dosah elektronů R , pohybující se v rozmezí 0,1 – 10 μm v závislosti na energii PE a materiálu vzorku ([26] str. 4). R udává maximální hloubku, do které proniknou PE (viz obr. 3.2). Informační hloubka je podstatně menší (viz tmavší oblast pro BSE, šrafovaná oblast pro SE, na obr. 3.2) a udává maximální hloubku, ze které jsme schopni detekovat částice nesoucí informace o vzorku [26].

Primární elektron podstupuje pružné a nepružné srážky s atomy vzorku. Při srážce dochází k předání části energie atomu, která jej může ionizovat za vzniku tzv. sekundárního elektronu (SE). Ten, má-li dost energie na překonání vzdálenosti k povrchu a výstupní práce, opustí povrch a může být detekován. PE během srážek mění směr své trajektorie a jestliže opět dosáhnou povrchu, mohou být detekovány jako tzv. zpětně odražené elektrony (BSE). SE nevznikají pouze srážkou atomu s dopadajícím primárním elektronem, ale i s BSE vracejícím se na povrch. Při nepružné srážce PE může také dojít k excitaci elektronu atomu na vyšší energiovou hladinu. Při návratu tohoto elektronu do základního stavu je buďto vyzářen foton rentgenového záření s energií odpovídající rozdílu energiových hladin, nebo je energie předána elektronu z vyšší energiové hladiny, který opustí vzorek jako tzv. Augerův elektron (AE).

SE, stejně jako AE, mají malou kinetickou energii (viz obr. 3.3), typicky jednotky až desítky eV. Proto následné nepružné srážky mohou způsobit, že elektrony nedosáhnou povrchu a nemohou být detekovány. Detekované SE a AE proto pochází z tenké povrchové vrstvy o tloušťce několika nm (viz [26] str. 7) Tato informační hloubka (tedy maximální hloubka, ze které pochází signál, který detekujeme) závisí na materiálu a energii PE.



Obrázek 3.2: Dosah elektronů R a informační hloubka (tmavě šedá oblast) sekundárních elektronů (SE), zpětně odražených elektronů (BSE), Augerových elektronů (AE) a rentgenového záření (X) v interakčním objemu s dosahem elektronů R pro kolmý dopad primárních elektronů (PE). Podle [26].



Obrázek 3.3: Energiové spektrum emitovaných elektronů sestávající se ze sekundárních elektronů (SE), nízkoztrátových elektronů (LLE), Augerových elektronů (AE) a zpětně odražených elektronů (BSE). Podle [26].

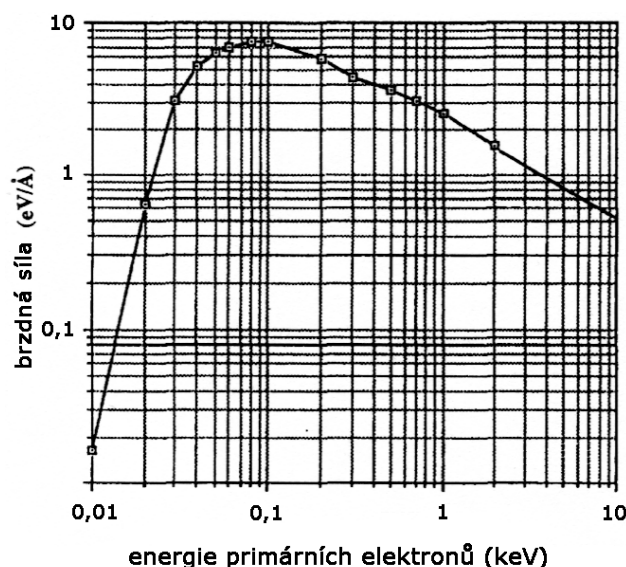
Na obr. 3.3 vidíme energiové spektrum emitovaných elektronů. Detekované SE mají energii typicky několik eV. Podle konvence elektrony s energií menší než 50 eV jsou považovány za SE, s větší energií pak za BSE. AE mají energie již v oblasti BSE a tvoří tak v energiovém spektru charakteristické píky. Široké spektrum BSE tvoří elektrony, které podstoupily větší či menší množství srážek a ztratily tak odpovídající množství energie. Spektrum BSE končí na energii $E = eU$, kterou mají elektrony, které se odrazily z povrchu bez jediné nepružné srážky. Nepružná srážka BSE s atomem také může vést ke vzniku fononů či plasmonů, což se také odrazí v energiovém spektru. Protože počáteční kinetická energie PE je v řádu jednotek až desítek keV, dostanou se zpětně odražené elektrony na povrch z podstatně větší hloubky než SE a AE, jak je vidět z obr. 3.2.

Kapitola 4

Rastrovací elektronová mikroskopie pomalými elektrony (LVSEM)

4.1 Vliv energie elektronového svazku na zobrazení

Rastrovací elektronová mikroskopie pomalými elektrony (LVSEM, z angl. *low voltage scanning electron microscopy*) je rastrovací elektronová mikroskopie, při které jsou elektrony urychlovány napětím nižším než 5 keV. Snížení energie elektronů dopadajících na povrch vzorku má zásadní vliv na interakci se vzorkem. Jedním z parametrů, které mají vliv na výsledný obraz, je brzdná síla (v angl. literatuře používán termín *stopping power*), která závisí na energii elektronů a na složení vzorku. Určuje energii, kterou elektron ztratí při průchodu materiálem, na jednotku délky. Tato energie může být předána elektronům v materiálu, což může vést k emisi SE. Proto s rostoucí brzdou silou roste množství produkovaných SE [16].



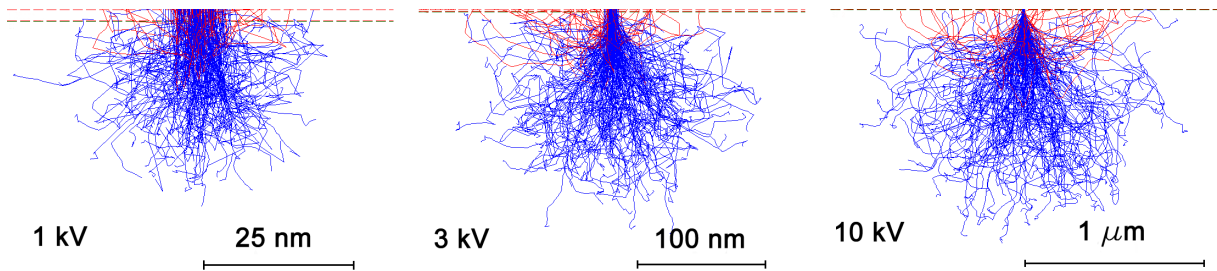
Obrázek 4.1: Závislost brzdné síly na energii dopadajících elektronů pro uhlík [16].

Na obr. 4.1 je závislost brzdné síly na energii dopadajících elektronů pro uhlík. Vidíme, že při snižování energie roste brzdná síla od 0,5 eV/Å pro energii 10 keV až do maxima 8,5 eV/Å pro energii 0,1 keV. Poté brzdná síla opět klesá. Elektrony s energií

do několika keV interagují mnohem silněji s materiálem než při klasické SEM s energií elektronů v desítkách keV. Důsledkem toho hloubka průniku elektronu pod povrch klesá se snižováním energie¹. Míru průniku elektronu do vzorku určuje tzv. Betheův dosah R_B , který je definován vztahem

$$R_B = \int_{E_{\min}}^{E_0} \left(-\frac{dE}{ds} \right)^{-1} dE, \quad (4.1)$$

kde E je energie elektronu, který urazil materiálem dráhu s , během čehož na něj působila brzdná síla $-(dE/ds)$, E_0 je energie dopadajícího elektronu a E_{\min} je energie, při které brzdná síla dosáhne maxima, typicky mezi 30 a 100 eV.



Obrázek 4.2: Interakční objem elektronů dopadajících na křemík s povrchovou vrstvou SiO_2 s energií 1 kV, 3 kV a 10 kV. Modré čáry značí trajektorie primárních elektronů, červené zpětně odražených elektronů. Simulace pomocí programu Casino v2.42 (ve všech případech byla použit průměr stopy svazku 10 nm) [5], [6].

Hloubka průniku je úzce svázána s interakčním objemem. Ten udává objem látky, se kterým interaguje elektronový svazek dopadající na povrch vzorku. Vysoká brzdná síla látky pro pomalé elektrony znamená, že elektrony na krátké vzdálenosti ztratí veškerou energii. Proto čím nižší je energie elektronů, tím menší je interakční objem, jak můžeme vidět na obr. 4.2.

S klesající energií PE také klesá informační hloubka. Čím je energie PE menší, tím menší energii mají i SE těmito primárními elektrony vyražené. Potom maximální hloubka, ze které můžeme SE detekovat, se adekvátně zmenší. Toho lze využít pro pozorování tenkých povrchových vrstev.

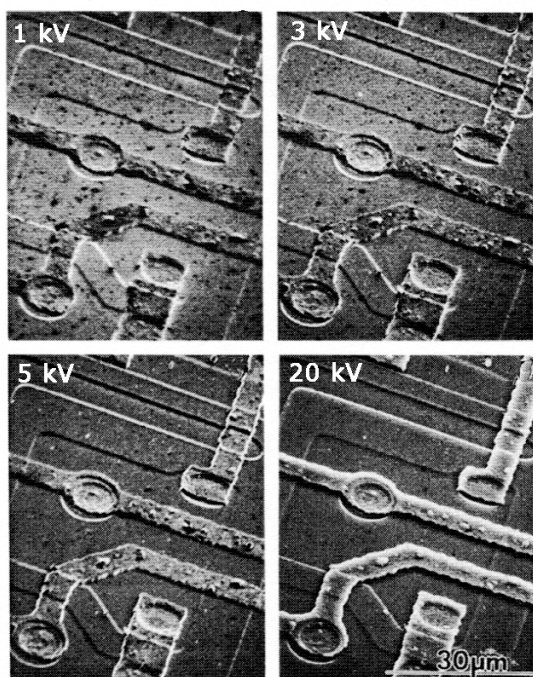
Zde vidíme zásadní rozdíl mezi klasickou SEM a LVSEM. Při klasické SEM pronikají PE až do hloubky několika μm , zatímco u LVSEM pouze do povrchové vrstvy o tloušťce jednotek až desítek nm. Proto se také v LVSEM i velmi tenká povrchová vrstva jeví jako objemová, tzn. materiál pod touto vrstvou je pro nízkoenergetické elektrony „neviditelný“. Naopak při použití energetičtějších elektronů se nám může stát, že některé povrchové struktury budou pro svazek „průhledné“ a na obrazu budou vidět až objekty pod touto strukturou [16].

Energie PE má zásadní vliv na kontrast různě dopovaných struktur, což bude detailně diskutováno v odst. 4.3.2.

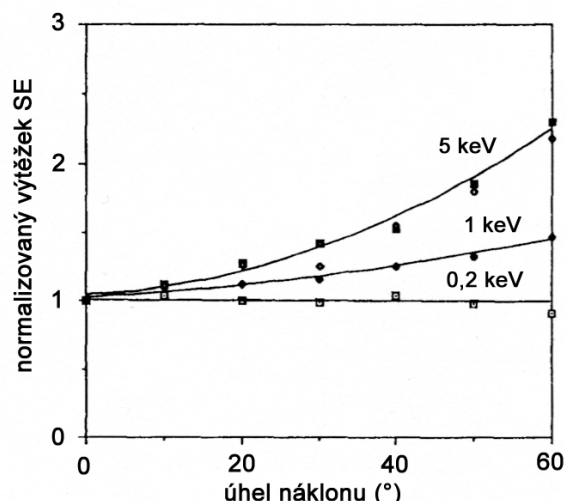
¹Energie elektronů nižší než 0,1 eV se v praxi používá jen výjimečně, proto tuto část křivky nebudeme dále uvažovat.

4.2 Princip kontrastu v obrazu LVSEM

Snížení energie PE ovlivňuje také princip vzniku kontrastu v obrazu LVSEM. Obr. 4.3 ukazuje zobrazení určitého místa na vzorku při urychlovacím napětí elektronů 1, 3, 5 a 20 kV zaznamenané standardním Everhart-Thornley detektorem SE (tzv. ETD; popis detektoru viz [26] str. 178 - 180). Zobrazení při urychlovacím napětí elektronů 20 kV je typický obraz SE s velkým topografickým kontrastem a zjasněním okrajů struktur. Při snižování energie elektronů dochází ke zvyšování kontrastu jemných povrchových struktur, prachových částic a defektů. Tato skutečnost je přímým důsledkem malého interakčního objemu nízkoenergetického svazku elektronů. Při příliš velkém interakčním objemu se informace o povrchové struktuře „ztratí“ v množství SE z různých hloubek pod povrchem.



Obrázek 4.3: Obrázky hliníkových spojek na křemíku zobrazením SE s energií 1, 3, 5 a 20 keV ukazující změnu kontrastu v obrazu [16].



Obrázek 4.4: Výtěžek SE pro křemík jako funkce naklonění vzorku vzhledem k dopadajícímu svazku elektronů. Kolmý dopad odpovídá 0° [16].

Silný vliv na kontrast má i naklonění vzorku, popř. prostorová struktura na povrchu (tzv. **topografický kontrast**). Při vysokých energiích většina SE vytvořených v interakčním objemu nemá dostatek energie na to, aby se dostala na povrch a poté do detektoru. Pokud je povrch nakloněn, mnohem více SE se dostane na povrch a je detekováno (viz obr. 4.4). Je tomu tak proto, že směr pohybu většiny elektronů dopadajících na vzorek zůstane zachován i ve vzorku a interagují s ním za vzniku SE. Při naklonění je proto více SE vytvořeno v povrchové vrstvě do informační hloubky, čímž se zvýší počet detekovaných SE. Proto mají obrazy při vysokých energiích SE vysoký topografický kontrast. Při snížení energie svazku dochází ke snížení interakčního objemu, a proto se dostane větší část SE na povrch i při kolmém dopadu svazku. Proto se efekt zvýšení výtěžku SE při naklonění vzorku zmenšuje, až pro velmi nízké energie (0,2 keV) zcela vymizí.

Na kontrastu v obrazu SE se podílí i účinnost, se kterou detektor detekuje SE vycházející ze vzorku. Povrch otočený směrem k detektoru emituje více SE se složkou rychlosti směrem k detektoru, a proto bude v obrazu světlejší než stejná oblast otočená od detektoru. Tento tzv. **detektorový kontrast** vytváří kontrast u obrazů s malým zvětšením.

Při vysokých energiích svazku ovlivňuje celkový kontrast v obrazu jak topografický, tak detektorový kontrast. Nakloněná oblast obrácená k detektoru je světlejší, protože emituje více SE a protože více těchto SE je zaznamenáno detektorem. Nakloněná oblast obrácená od detektoru stále emituje více SE než kolmá na dopadající svazek, ale méně se jich dostane k detektoru. Topografický kontrast je tak modulován detektorovým kontrastem, což způsobí charakteristické stínování v obrazu. Při nízkých energiích všechny oblasti emitují přibližně stejný počet SE, ať jsou vzhledem ke vzorku jakkoliv nakloněné. Kontrast je proto tvořen pouze na základě polohy detektoru k místu emitujícím SE. Proto změna polohy detektoru nad vzorkem změní kontrast daného místa v obrazu.

Při mikroskopii s velkým rozlišením za vysoké energie elektronů je potřeba rozlišovat mezi sekundárními elektrony generovanými dopadajícími elektrony (SE1) a těmi, které generovaly BSE na cestě k povrchu (SE2). Jak SE1, tak SE2 přispívají k celkovému výtěžku SE, ale mají výrazně odlišné prostorové rozdělení. SE1 signál je lokalizovaný v oblasti několika nm od místa dopadu svazku. Signál SE2 přichází z oblasti o poloměru přibližně $R_B/3$ (Betheův dosah, viz rov. (4.1) na str. 11), což je oblast o velikosti stovek nm [16]. Protože je signál SE2 dvakrát až třikrát silnější než SE1 [16], informace s vysokým rozlišením nesená signálem SE1 je v celkovém detekovaném signálu zatížena velkým šumem způsobeným signálem SE2. V případě LVSEM se R_B snižuje (protože brzdná síla se zvyšuje), proto je signál SE2 více lokalizovaný, zatímco lokalizace signálu SE1 zůstává nezměněna. Objem, ze kterého jsou SE1 a SE2 emitovány, je tedy řádově stejný, proto oba tyto signály přispívají k zobrazení s vysokým rozlišením. Z tohoto důvodu je pro mikroskopii s vysokým rozlišením použití elektronů s nízkou energií mnohem vhodnější než klasická SEM.

Na množství detekovaných elektronů má vliv také koeficient zpětného odrazu η (v angl. literatuře tzv. *backscattering coefficient*), který je definován jako poměr proudu BSE I_{BSE} ku proudu primárních elektronů I_{PE} :

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}}.$$

Materiálový kontrast vzniká v důsledku různého η pro různé materiály, který se vzrůstajícím atomovým číslem roste (viz obr. 4.5). Výtěžek SE δ je definován jako poměr proudu SE I_{SE} ku proudu primárních elektronů I_{PE} :

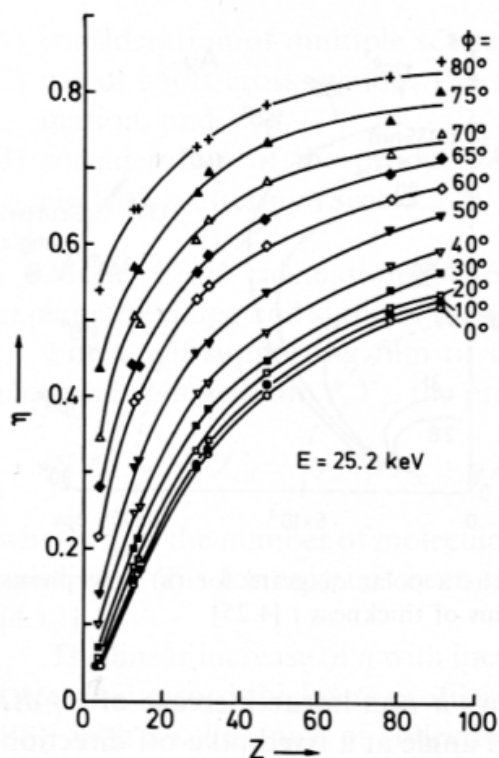
$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_{PE}} \quad (4.2)$$

a roste s rostoucím η . Celkový výtěžek elektronů $\sigma = \eta + \delta$ potom udává poměr proudu detekovaných elektronů $I_{SE} + I_{BSE}$ na detektoru ku proudu primárních elektronů:

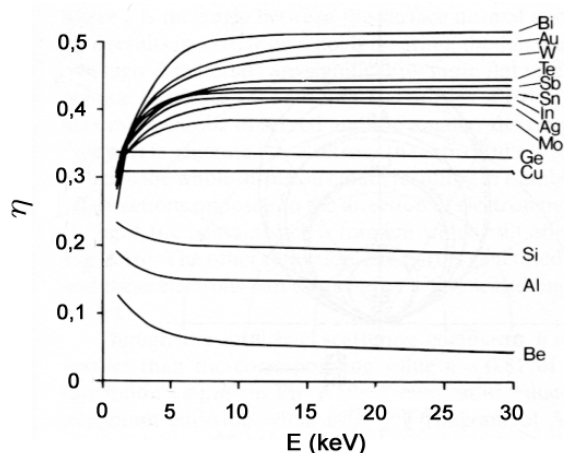
$$\sigma = \frac{I_{BSE} + I_{SE}}{I_{PE}}.$$

Na obr. 4.7 je znázorněna závislost celkového výtěžku elektronů na energii PE. Výtěžek σ s rostoucí energií PE roste pro energie PE do asi 700 eV (konkrétní hodnota polohy maxima σ závisí na materiálu), při vyšších energiích s rostoucí energií klesá. Je tomu

tak proto, že s rostoucí energií PE klesá brzdná síla (viz obr. 4.1), čímž se zvětšuje interakční objem. Roste tedy počet SE, které byly vytvořeny v příliš velké hloubce pod povrchem a nemají dostatek energie na dosažení povrchu a energiové hladiny detektoru. Nízkoenergiové PE vytvoří SE podstatně blíže povrchu, čímž δ roste.



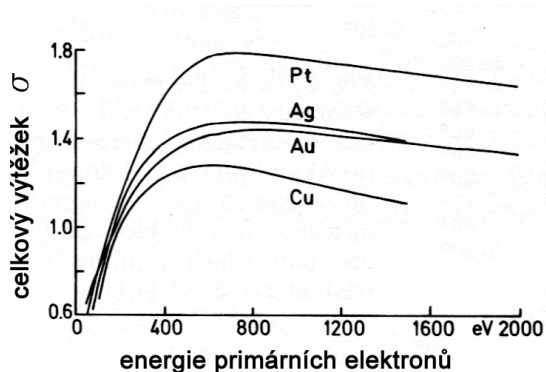
Obrázek 4.5: Závislost koeficientu zpětného odrazu η na atomovém čísle materiálu vzorku pro různé úhly od normály k povrchu [26].



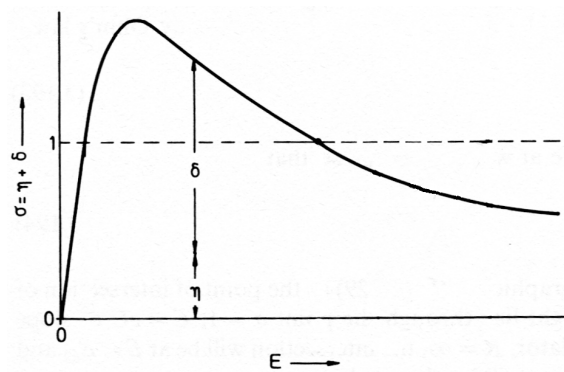
Obrázek 4.6: Závislost koeficientu zpětného odrazu η na energii primárních elektronů [26].

S rostoucí energií PE δ klesá (v rozsahu energií 1 – 100 keV) nezávisle na materiálu vzorku. Tento pokles lze vyjádřit vztahem $\delta \propto E^{-0,8}$ [26]. Koeficient η s rostoucím atomovým číslem materiálu vzorku roste (čímž vzniká materiálový kontrast), ale s rostoucí energií PE klesá nebo roste podle materiálu (viz obr. 4.6 a 4.5). Při energiích PE nad asi 10 keV se již η s rostoucí energií PE nemění. Závislost celkového výtěžku σ na energii se pak mění pouze v závislosti na měnící se δ .

Rastrovací elektronová mikroskopie se používá většinou u vodivých vzorků. Implantovaný náboj se pak odvádí do uzemněného manipulátoru. U nevodivých vzorků může docházet v důsledku emise elektronů ze vzorku k jeho **nabíjení**, jestliže $\sigma \neq 1$, viz obr. 4.8. Nabíjení způsobuje výrazné artefakty na obrazu v SEM. Řešením je nevodivý vzorek pokovit tenkou vrstvou kovu, která bude implantovaný náboj odvádět. Další možností je pozorování provádět za vyššího tlaku a do mikroskopu napustit plyn, do kterého bude náboj odváděn.



Obrázek 4.7: Závislost celkového výtěžku elektronů na energii primárních elektronů pro různé kovy [26].



Obrázek 4.8: Schematická závislost celkového výtěžku elektronů na energii primárních elektronů. Podle [26].

4.3 Kontrast dopovaných polovodičů

V současné době roste potřeba analýzy dopovaných polovodičů na nanometrové úrovni. Důvod kontrastu obrazů různě dopovaných oblastí v SEM je stále předmětem výzkumu. Obecně p-dopované oblasti jsou světlejší než intrinsické, n-dopované tmavší. Při některých pozorovacích podmínkách může být kontrast i obrácený (tedy n-dopovaná oblast je světlejší než p-dopovaná). Tento obrácený kontrast lze pozorovat např. v následujících případech. Při filtraci SE se obrácený kontrast objevuje při detekci elektronů pouze s nejnižší energií [8] (pro Si se obrácený kontrast objevuje pro energii SE nižší než 4 eV). Při pozorování vzorků se silnou oxidovou vrstvou na povrchu je pozorován při použití elektronového svazku s vyšší energií než určitá hranice, pro Si je tato hranice 2 keV [31]. Kontrast také závisí na dávce elektronů dopadajících na povrch při rastrování (dávka elektronů = proud PE \times čas, po který svazek setrvá na jednom místě na vzorku/velikost stopy). S rostoucí dávkou elektronů (pomalé rastrování, velké zvětšení) klesá kontrast různě dopovaných oblastí a může dojít k obrácení kontrastu při vysoké dávce elektronů a silné vrstvě uhlíku na povrchu [22].

Protože dopovaných atomů bývá obecně v řádu 1 částice na milion i méně (dopování v rozsahu $10^{12} - 10^{22} \text{ cm}^{-3}$), nemůže být kontrast způsoben změnou koeficientu zpětného odrazu díky jinému atomovému číslu dopujícího atomu [30]. Venables et al. [29] zjistili, že závislost mezi intenzitou obrazu SE a logaritmem koncentrace dopantů bórem dopovaného křemíku je lineární v rozsahu dopování od $4 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ do $3 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Kvantifikace obrazů dopovaných polovodičů by tedy měla být možná, zatím je však předmětem výzkumu. LVSEM je schopna pozorování 2D-profilu dopantů na nanometrové úrovni a s koncentracemi několik dopovaných částic na milion. V současné době není známa jiná technika, která by byla schopna pozorování dopantů s takovým rozlišením a citlivostí v rozsahu dopování $10^{15} - 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ [12].

Pokud jsou SE detekovány detektorem umístěným v magnetické čočce tvořící objektiv (tzv. TLD, z angl. *through-the-lens detector*, bližší informace viz [13]), což je také případ měření, kterým jsem se věnovala v rámci této práce, kombinace magnetického pole čočky a elektrostatického extrakčního pole detektoru funguje jako energiový filtr. Měření SE pomocí TLD ukazují, že detektor má odezvu s výrazným maximem [16]. To znamená, že v určitém rozsahu energií detekovaných elektronů má podstatně větší detekční účinnost.

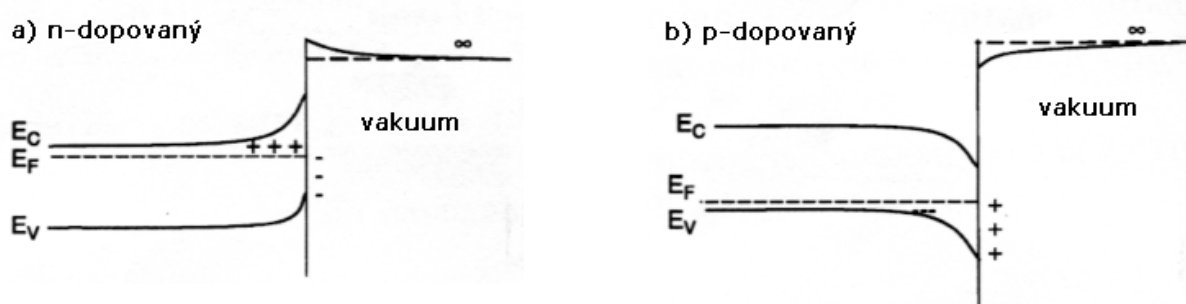
Jak je ukázáno v [9], maximum v energiovém rozdělení SE závisí na výstupní práci materiálu a je typicky 3 – 5 eV. Změna úrovně dopování polovodiče změní také jeho výstupní práci, což změní polohu maxima relativně k energiové odezvě detektoru a způsobí tak změnu kontrastu [4].

4.3.1 Princip vzniku kontrastu

Existují tři modely vysvětlující původ kontrastu dopantů v zobrazení SE v LVSEM. Kromě těchto modelů je třeba při analýze SE obrazů vzít v úvahu: výstupní práci zkoumaného materiálu, přítomnost vrstvy oxidu nebo jiné látky na povrchu, kontaminace povrchu uhlíkem, energii a proud primárních elektronů a rychlost rastrování po vzorku.

Ohyb energiových pásů povrchovými stavy

Podle [24] a [8] vzniká kontrast různě dopovaných polovodičů v důsledku různého ohybu povrchových energiových pásů různě dopovaných polovodičů. Povrchová vrstva krystalu je vystavena skokové změně potenciálu, což se odrazí v tvorbě povrchové dipólové vrstvy. Tato dipólová vrstva zasahuje u polovodiče pod povrch, čímž způsobí vznik povrchové vrstvy ochuzené nebo obohacené o elektrony a ohyb energiových pásů. Ohyb energiových pásů způsobují také povrchové stavy adsorbátů a defektů.



Obrázek 4.9: Energiový diagram ukazující ohyb pásů povrchovými stavy u a) n-dopovaného křemíku a b) p-dopovaného křemíku. E_c je nejnížší hladina vodivostního pásu, E_F je Fermiho hladina a E_v je nejvyšší hladina valenčního pásu [24].

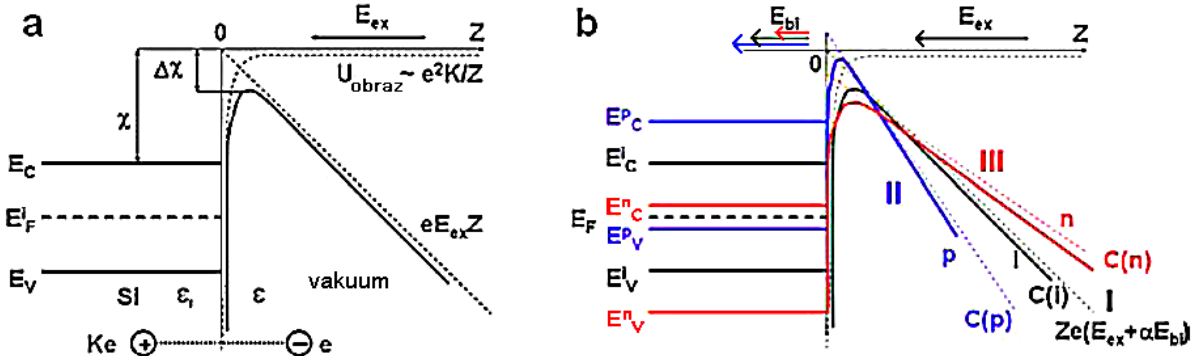
Povrchové stavy vznikají přerušením periodicity mřížky na povrchu a následnou nutností kompenzovat volné vazby. Teoreticky je hustota povrchových stavů křemíkového povrchu štípaného za ultravysokého vakua asi 10^{15} cm^{-2} , což také odpovídá experimentům [12]. V důsledku povrchové rekonstrukce a relaxace klesá hustota povrchových stavů křemíku na vzduchu na $10^{11} - 10^{12} \text{ cm}^{-2}$. Tyto povrchové stavy způsobují ohyb energiových pásů na povrchu. U n-dopovaného materiálu se energiové pásy ohýbají nahoru (a tím zvyšují energetickou bariéru), u p-dopovaného dolů [24]. Proto elektrony emitované z valenčního pásu do vakua potřebují větší energii v případě n-dopovaného polovodiče než p-dopovaného. To zvýší množství detekovaných elektronů z p-dopované oblasti a sníží z n-dopované oblasti.

Tento mechanismus vzniku kontrastu různě dopovaných oblastí (DC, z angl. *dopant contrast*) se stává dominantním u vzorků s vysokou koncentrací povrchových stavů (např. u štípaných vzorků s oxidovou vrstvou na povrchu) [8]. Vzhledem k tomu, že SE pochází z oblasti blízké povrchu, ovlivní ohyb povrchových stavů kontrast dopovaných polovodičů,

na kterých je vytvořena oxidová vrstva. Povrchové stavy křemíku jsou v tomto případě tvořeny stavy na rozhraní Si - SiO₂.

Povrchové potenciálové pole

V [27] a [7] vysvětlují DC jako důsledek různých vnitřních potenciálů p- a n-dopovaných polovodičů. To způsobuje různou ionizační energii SE, vznik potenciálového pole na povrchu a vnějšího elektrického pole. Podle [27] je ohyb energiových pásů kvůli povrchovému potenciálovému poli výraznější než ohyb díky povrchovým stavům.



Obrázek 4.10: a) Snížení Schottkyho bariéry $\Delta\chi$ vlivem vnějšího elektrického pole E_{ex} způsobeného rozdílem potenciálů mezi vzorkem a detektorem SE a efektem elektrického obrazu. Schéma neuvažuje vnitřní potenciál. E_v značí nejvyšší hladinu valenčního pásu, E_c nejnižší hladinu vodivostního pásu a E_F^i Fermiho hladinu intrinsického polovodiče, U_{obraz} změnu potenciálu vlivem elektrického obrazu, Z vzdálenost od povrchu. $eE_{ex}Z$ je vztah pro asymptotu, ke které se potenciál blíží s rostoucím Z .

b) Stejný náčrtek jako v příp. a) s vyznačením změny potenciálové bariéry způsobené dopováním. E_v^p , E_v^i , E_v^n značí nejvyšší hladinu valenčního pásu a E_c^p , E_c^i , E_c^n nejnižší hladinu vodivostního pásu p-dopovaného, intrinsického a n-dopovaného polovodiče. $Ze(E_{ex} + \alpha E_{bi})$ je vztah pro asymptotu, ke které se potenciál blíží s rostoucím Z [7].

Aby elektron mohl uniknout z povrchu (s relativní permitivitou $\epsilon_r \sim 12$) do vakua (s permitivitou ϵ_0), musí překonat potenciálovou bariéru ve formě elektronové afinity χ (viz obr. 4.10). Na elektron působí dvě síly: síla vnějšího elektrického pole E_{ex} způsobená rozdílem potenciálů mezi povrchem vzorku a detektorem SE a síla, kterou na elektron působí povrch vlivem díry, kterou po sobě elektron zanechal (tzv. efekt elektrického obrazu). Tyto síly způsobí, že na vakuové straně rozhraní polovodič - vakuum dojde ke snížení Schottkyho bariéry o hodnotu

$$\Delta\chi = -e\sqrt{\frac{eE_{ex}K}{\epsilon_0}},$$

kde $K = (\epsilon_r + 1)(\epsilon_r - 1)$ a e je náboj elektronu.

Navíc k předchozím dvěma silám urychluje elektrony směrem k povrchu vnitřní potenciál E_{bi} (vysvětlení vzniku vnitřního potenciálu viz kap. 4.3.2) v oblasti blízko povrchu. Ve výsledku působí na elektron elektrické pole $E_{ef} = E_{ex} + \alpha E_{bi}$. Pro intrinsický Si je $\alpha = 1$. U p-dopovaného Si kationty akceptoru zvýší pozitivní náboj v blízkosti povrchu, čímž je $\alpha > 1$, analogicky pro n-dopovaný Si je $\alpha < 1$. Parametr α je závislý na koncentraci dopantů; tato závislost je předmětem dalšího výzkumu [7]. Je tedy zřejmé, že

E_{ef} urychluje více elektrony z p-oblasti než z intrinsického, odkud jsou ovšem urychlovány více než z n-oblasti. Tím dojde ke snížení a zúžení Schottkyho potenciálové bariéry u p-polovodiče (křivka II na obr. 4.10) a zvýšení a rozšíření bariéry u n-polovodiče (křivka III na obr. 4.10) vzhledem k velikosti bariéry intrinsického (křivka I na obr. 4.10). Tento závěr je zcela v souladu s naměřenou intenzitou v obrazu získaného detekcí SE, kde pozorujeme $I(n) < I(i) < I(p)$, kde $I(n)$, $I(i)$ a $I(p)$ je intenzita v obrazu v místě n-dopovaného, intrinsického a p-dopovaného polovodiče [7].

Na DC pozorovaný v SEM má také vliv změna Fermiho hladiny dopováním polovodiče, která je dána výrazem

$$E_F - E_{F_{p,n}} = kT \ln \frac{n}{n_i} = -kT \ln \frac{p}{n_i},$$

kde E_F a $E_{F_{p,n}}$ je Fermiho hladina intrinsického a dopovaného polovodiče, k je Boltzmannova konstanta, T je teplota a n , n_i a p je koncentrace nosičů náboje n-dopovaného, intrinsického a p-dopovaného polovodiče [7]. Fermiho hladina n-polovodiče je tedy posunuta směrem k vodivostnímu pásu, zatímco u p-polovodiče směrem k valenčnímu pásu. Například změna koncentrace dopantů z 10^{16} cm^{-3} na 10^{20} cm^{-3} za pokojové teploty způsobí u Si posun Fermiho hladiny o $\sim 0,25 \text{ eV}$ (předpoklad $n_i = 10^{16} \text{ cm}^{-3}$).

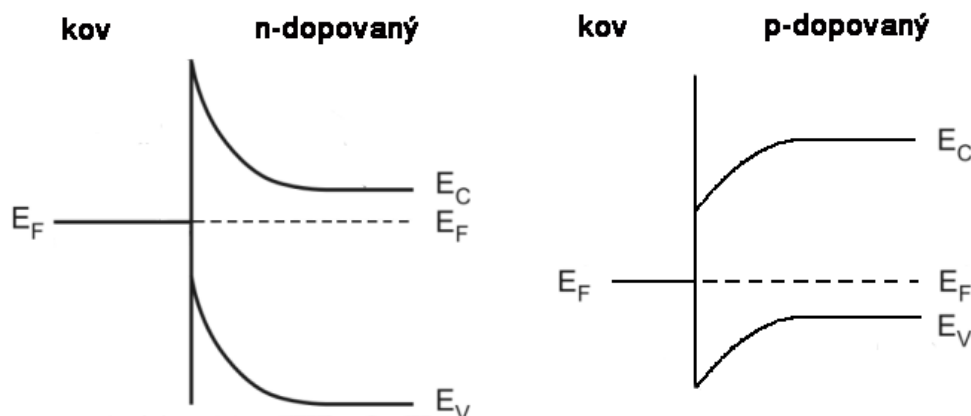
Lokální změny povrchového potenciálu modulují vnější elektrické pole nad vzorkem (v angl. literatuře se používá výrazu *patch fields*). Intenzita elektrického pole se zvyšuje s rostoucí koncentrací dopantů u p-polovodiče, snižuje se s rostoucí koncentrací dopantů u n-polovodiče a snižuje se se vzdáleností od povrchu. Příčná složka intenzity elektrického pole je kladná nad n-dopovaným polovodičem a záporná nad p-dopovaným polovodičem [8]. Tím jsou SE z n-oblasti urychlovány zpět k povrchu, zatímco SE z p-oblasti směrem od něj. Vnější elektrické pole tedy změní dráhu SE tak, že více SE z p-oblasti dosáhne detektoru než z n-oblasti. Podélná složka elektrického pole pak zakřivuje dráhu SE tak, že SE emitovaný ze silně n-dopované oblasti se pohybuje pod větším úhlem k normále ke vzorku než méně n-dopované a p-dopované. Protože detektor je konečných rozměrů a ve vzdálenosti typicky několik mm od povrchu (v případě TLD), pak SE letící pod příliš velkým úhlem od normály k povrchu nedopadnou na plochu detektoru a nejsou tedy detekovány. Pomocí zmenšení sběrného prostorového úhlu detektoru zvýšením pracovní vzdálenosti od vzorku dojde ke zvýšení DC. Tento princip vzniku DC je dominantní u vzorků s velmi nízkou hustotou povrchových stavů ($10^8 - 10^{10} \text{ cm}^{-2}$). Zajímavé je, že u vzorků s takto nízkou koncentrací povrchových stavů závisí povrchový potenciál lineárně na logaritmu koncentrace dopantů, což je ve shodě s naměřenou lineární závislostí intenzity SE signálu na logaritmu koncentrace dopantů [8].

Ohyb energiových pásů na rozhraní kov-polovodič

Vzorky s povrchem připraveným mimo SEM aparaturu jsou vystaveny působení běžných atmosférických podmínek, což způsobí vznik několika monovrstev cizích molekul na povrchu v neznámé koncentraci, z větší části H_2 , O_2 , H_2O , C a CO_2 . El-Gomati et al. [11] zjistili, že rastrování elektronovým svazkem po povrchu způsobí růst uhlíku na dopovaném křemíku s grafitickou strukturou. Výstupní práce grafitu ϕ_C je 5,1 eV a intrinsického křemíku ϕ_{Si} je 4,85 eV.

Protože $\phi_C > \phi_{\text{Si}}$, vytvoří se na rozhraní C – n-Si Schottkyho kontakt a na rozhraní C – p-Si ohmický kontakt (viz obr. 4.11). Schottkyho kontakt způsobí ohyb energiových pásů na rozhraní směrem nahoru a vytvoření dipólové vrstvy na rozhraní [11]. Kladný

náboj se nahromadí v polovodiči, záporný náboj v kovové povrchové vrstvě. Tento záporný náboj odpuzuje elektrony pocházející z polovodiče pod touto vrstvou a zvětší tak potenciálovou bariéru pro elektrony z n-oblasti. Naopak ohmický kontakt mezi C a p-Si způsobí ohyb energiových pásů směrem dolů a přemístění části elektronů z kovu do polovodiče. Tím naopak dojde k vytvoření kladně nabitě vrstvy v kovu na povrchu, která sníží potenciálovou bariéru pro elektrony z p-oblasti. Následkem je více detekovaných SE z p-oblasti než z n-oblasti.



Obrázek 4.11: Energiový diagram kontaktu kov - polovodič pro případ $\phi_k > \phi_{\text{polovodič}}$. Na rozhraní kov – n-dopovaný polovodič se vytvořil Schottkyho kontakt a na rozhraní kov – p-dopovaný polovodič ohmický kontakt. E_C - nejnižší hladina vodivostního pásu, E_F - Fermiho hladina, E_V - nejvyšší hladina valenčního pásu. Podle [21].

V případě, že by se na povrchu polovodiče vytvořila kovová vrstva s výstupní prací $\phi_k < \phi_{\text{Si}}$, vytvoří se naopak Schottkyho kontakt na rozhraní kov–p-Si a ohmický kontakt na rozhraní kov–n-Si. Proto dojde k tzv. „obrácení“ kontrastu, tedy n-Si je v obrazu SE jasnější než p-Si.

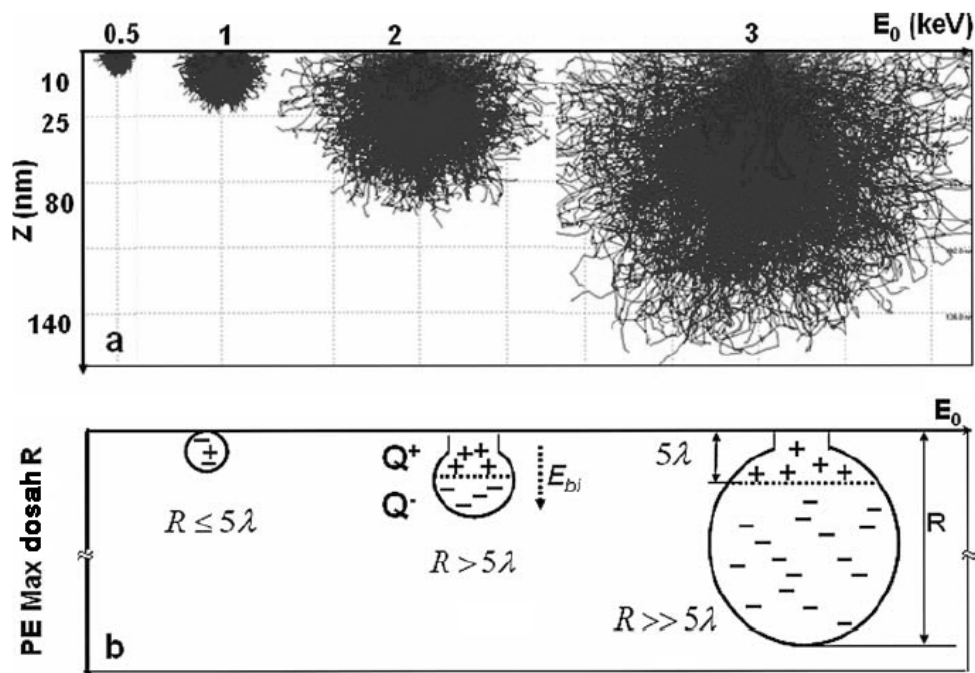
Tyto závěry platí obecně pro jakýkoliv polovodič.

Kontrast dopovaných vrstev se může měnit také v závislosti na velikosti proudu dopadajících elektronů. Dopadající elektrony zvýší počet elektron-děrových párů v polovodiči, čímž dojde ke změně vnitřního potenciálu [8]. Jak ovšem ukázali Kazemian et al. [18], tato tvorba elektron-děrových párů má v porovnání s ostatními mechanismy zanedbatelný vliv na DC s výjimkou velkých zvětšení a pomalého rastrování po povrchu vzorku.

4.3.2 Vliv energie elektronového svazku

Jak je ukázáno v [7], energie svazku PE má velký vliv na pozorovaný DC. Při použití elektronů s energií v rozsahu 0,5 – 2 keV byl pozorován maximální kontrast. Pod a nad tímto intervalem kontrast postupně zaniká. Správná volba energie PE je proto klíčová pro pozorování různě dopovaných polovodičů v SEM.

Dopadající PE pronikající pod povrch ztrácí svou energii, přičemž převládajícím procesem je excitace valenčních elektronů do vodivostního pásu. Přitom vzniká elektron-děrový pár. Tyto páry vznikají postupně podél trajektorie PE až do maximálního dosahu R (viz kap. 3.2). Nosiče náboje mohou uniknout z povrchu, ale také difundují dále od místa vzniku nepřispívajíc k proudu SE a také mohou elektron-děrové páry rekombinovat.



Obrázek 4.12: a) Interakční objem v Si při nízkých energiích PE spočtený pomocí simulace Monte Carlo, b) schematický náčrt rozložení náboje uvnitř interakčního objemu Si v závislosti na maximálním dosahu PE a maximální únikové hloubce SE ($\sim 5\lambda$) [7].

Závislost interakčního objemu Si na energii PE je znázorněna na obr. 4.12 a). Maximální dosah elektronů se pohybuje v rozmezí ~ 10 nm pro 0,5 keV svazek až po několik μm pro 30 keV svazek. Naproti tomu maximální úniková hloubka sekundárních elektronů T je nezávislá na energii PE a nepřesáhne $\sim 5\lambda$. Pro Si je $T \sim 3,8 - 5,4$ nm [7].

Dopad svazku PE na vzorek a následné emitování proudu SE vzorkem způsobí přeskupení náboje na povrchu. Rozlišujeme tři případy rozložení náboje v interakčním objemu (viz obr. 4.12): (a) $R > 5\lambda$, (b) $R \leq 5\lambda$ a (c) $R \gg 5\lambda$. V případě, že $R > 5\lambda$, v interakčním objemu se vytvoří dvě rozdílné oblasti. Na povrchu se tenká povrchová vrstva tloušťky T nabije kladným nábojem Q^+ , zbytek interakčního objemu se nabije záporným nábojem Q^- . Výsledkem je nabití nábojem $\Delta Q = Q^+ + Q^-$ a vznik elektrického pole E_{bi} . Velikost náboje ΔQ a tedy i elektrického pole E_{bi} je ovlivněna koncentrací volných nosičů náboje zvýšenou dopováním. Elektrické pole E_{bi} ovlivní pravděpodobnost úniku SE a také zachycení PE na povrchu povrchovými silami. Pro Si odpovídá případ (a) energiím PE v rozsahu $\sim 0,5 - 2$ keV, což je rozsah doporučovaný pro pozorování DC. ΔQ je v tomto případě mírně záporné [7]. V případě snížení energie pod tento interval (případ (b)) se znaménko ΔQ mění v průběhu procesu od dopadu PE po emisi SE a DC s klesající energií postupně vymizí. Pro velmi nízké energie je $\Delta Q > 0$, v praxi se však takto nízké energie nepoužívají.

Jestliže $R \gg 5\lambda$, opět rozeznáme dvě oblasti interakčního objemu: povrchovou záporně nabitou oblast tloušťky $\sim T$ (tedy stejné tloušťky jako v případě (a)) a výrazně větší záporně nabitou oblast. To se odrazí v podstatně větší hodnotě záporného náboje ΔQ (viz obr. 4.12). S rostoucí energií PE roste dosah $R \sim E^{1,75}$ [17], což ovlivní hustotu implantovaných a vytvořených volných nábojů. S rostoucí energií klesá brzdná síla (viz kap. 4.1), proto klesá také rychlost tvorby elektron-děrových párů. Například proud 10 pA

PE s energií 1 keV vytvoří $\sim 10^{27}$ párů/cm³, zatímco s energií 15 keV jen $\sim 10^{21}$ párů/cm³ [7]. Proto vzniká na povrchu látky bombardované PE s nízkou energií větší hustota volných nábojů než při použití PE s vyšší energií. Větší hustota volných nábojů znamená větší E_{bi} a tedy k větší DC. Proto při zvyšování energie PE nad 2 keV DC postupně zaniká.

Kapitola 5

Metody přípravy vzorku pro pozorování dopovaných polovodičů pomocí LVSEM

5.1 Štípání

Jestliže potřebujeme zkoumat v polovodiči dopované struktury pod povrchem, nikoliv na povrchu, můžeme vzorek štípnout a pozorovat povrch lomu.

Jednoznačnou výhodou metody je nejvyšší kontrast v obrazu (a s ním spojená pozorovatelnost dopovaných struktur), který se nám nepodaří dosáhnout žádnou jinou metodou (viz např. [15]). Je to dáno tím, že na zkoumaném povrchu lomu se nenachází vrstva nečistot, vznikající při dlouhodobém vystavení vzduchu, ani amorfnní vrstva vzniklá při přípravě pomocí fokusovaného iontového svazku (viz kap. 5.2). Při štípání mimo vakuum dochází k vytvoření oxidové vrstvy, ta ovšem v případě vložení vzorku do vakua během několika minut je velmi tenká, a proto nemá zásadní vliv na DC.

Nevýhodou této metody je určitá náhodnost tohoto procesu. Většinou se vzorek rozlomí podél krystalografických rovin, mezi kterými je nejmenší soudržná síla. To však nemusí být rovina, kterou chceme zkoumat. Další nevýhodou je, že nelze zaručit, aby byl lom hladký a tedy vhodný pro zkoumání dopovaných vrstev. Velice často je povrch značně nerovný, plný lomových vad, někdy i prohnutý (lom není rovinný). Takto štípnutý vzorek se analyzovat nedá a je nutné jej štípnout znovu (je-li dostatečně velký), popř. štípnout jiný exemplář se stejnou dopovanou strukturou. Nelze tedy zaručit, že se nám konkrétní vzorek podaří analyzovat. Zásadní nevýhodou této metody je, že nedokážeme ovlivnit, kde přesně vzorek štípneme a tedy neovlivníme místo pozorování.

5.2 Řez fokusovaným iontovým svazkem

Druhou možností, jak analyzovat dopované struktury uvnitř vzorku, je vytvoření řezu na zvoleném místě povrchu pomocí fokusovaného iontového svazku. Výhodou tedy je, že můžeme přesně zvolit, na kterém místě budeme vzorek zkoumat.

5.2.1 Fokusovaný iontový svazek (FIB)

Systém fokusovaného iontového svazku používá vysokoenergie ionty (urychlovací napětí se pohybuje v jednotkách až desítkách kV), které jsou fokusovány na vzorek. V závislosti na použitých parametrech svazku (urychlovací napětí, velikost proudu iontů) může být použit k různým účelům: k odprašování materiálu či řízenému leptání a řezání struktur do vzorku, nanášení materiálu na povrch (např. za účelem pokovení), implantaci atomů do povrchu a zobrazování založeném na stejném principu jako v případě zobrazování elektronovým svazkem.

Vlastnosti iontového svazku

Základními rozdíly mezi elektrony a ionty spočívají v tom, že ionty mají o několik řádů větší hmotnost a jsou podstatně větší, mohou být také nabitы kladně, zatímco elektron je vždy nabitý záporně. Z těchto důvodů se v použité optice používají téměř výhradně elektrostatická pole. Ionty vzhledem ke své velikosti podstatně rychleji ztrácí svou energii při průchodu vzorkem, což se odráží v řádově menší hloubce průniku. Tento jev se zmenšuje při snížení urychlovacího napětí obou druhů částic. Hlavním procesem interakce iont - povrch je ionizace povrchových atomů a přerušení chemických vazeb mezi těmito atomy. Při ionizaci atomů dojde k emisi SE, které mohou být detekovány a pomocí nich vytvořen obraz povrchu. Obraz může být také vytvořen pomocí detekce sekundárních iontů, odprášených z povrchu dopadem FIB. Při průchodu iontového svazku materiálem vzorku dojde k přerušení velkého množství vazeb a následnému „mixování“ takto uvolněných atomů. Na povrchu se po rastrování FIB nachází množství atomových poruch a má rozrušenou krystalovou strukturu. Tohoto porušování povrchu se využívá ke kontrolování a přesnému nanášení materiálu na povrch a vytváření přesných struktur, ale také k velice přesnému řezání do povrchu a odstraňování materiálu [32].

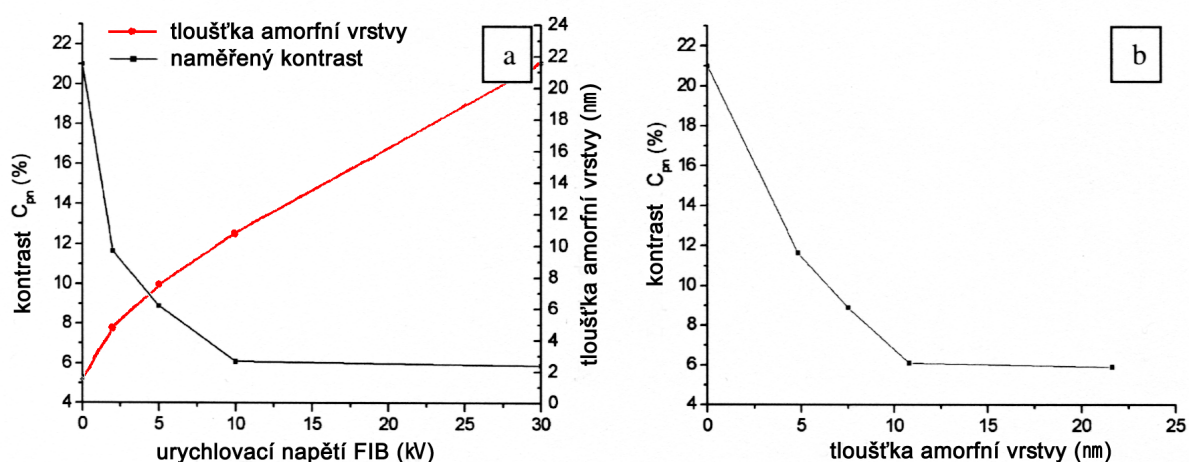
Jedním z nejpoužívanějších iontů v systémech FIB jsou ionty Ga^+ . Galium má nízký bod tání, proto může být bez větších problémů udržováno v kapalném stavu po dlouhou dobu tak, jak je potřeba ve zdroji iontů používajícím tekutý kov (LMIS, z angl. *liquid metal ion source*, popis zdroje viz [32]). Hmotnost iontů Ga^+ je dostatečná k odprašování těžších prvků, na druhou stranu není tak velká, aby docházelo k okamžitému poškození vzorku při dopadu malé dávky iontů (např. při dávce $< 10^{15}$ iontů/cm² pro 30 kV ionty Ga^+ dopadající na Si).

Interakce FIB - pevná látka

Při dopadu svazku energetických iontů na povrch dochází k různým procesům. Část svazku je zpětně odražena od povrchu, zbytek proniká pod povrch. Srážky s atomy způsobí jejich odprášení ze vzorku (čímž je způsoben vznik defektů na povrchu i pod ním), jejich ionizaci a následnou emisi SE a fotonů. Atomy uvolněné ze svých vazeb difundují, čímž dochází k promíchávání atomů, amorfizaci, nebo naopak krystalizaci, vzniku trvalých poruch apod. Dále dochází k implantaci iontů FIB do struktury zkoumaného povrchu, které zde často vytváří i shluky. To dále způsobuje promíchávání atomů vzorku, tvorbu slitin a krystalizaci materiálu v nanometrových rozměrech.

5.2.2 Vliv použití FIB při přípravě vzorků na kontrast různě dopovaných oblastí v LVSEM

Příprava pomocí fokusovaného iontového svazku má za následek nižší DC oproti čerstvě štípanému povrchu [19]. Příčinou je, že úníková hloubka SE může být i menší než tloušťka amorfnní vrstvy vytvořená čištěním pomocí FIB. Tloušťka amorfnní vrstvy, která vznikne na povrchu v místě dopadu iontového svazku, závisí na použité energii iontů. S klesající energií iontů použitých při přípravě povrchu FIB roste DC, což je způsobeno zmenšující se tloušťkou amorfnní vrstvy [15] (viz obr. 5.1). Díky tomu více SE pochází z nepoškozené oblasti a přispívá k DC. Z grafu na obr. 5.1 je zřejmé, že kontrast se snižováním energie FIB iontů nezvýší, dokud je urychlovací napětí vyšší než 10 kV, což odpovídá tloušťce amorfnní vrstvy přibližně 10 nm.



Obrázek 5.1: a) Vliv urychlovacího napětí FIB na kontrast dopantů a tloušťku amorfnní vrstvy pro Si. Urychlovací napětí 0 kV znamená čerstvě štípnutý povrch. Kontrast 100% udává maximální možný kontrast, tedy černá - bílá, 0% nulový kontrast, tedy černá - černá. b) Vliv tloušťky amorfnní vrstvy na DC pro Si [15].

Jepson et al. ([15], viz obr. 5.1) ukazuje kontrast na obrazech p-n přechodu řezů vytvořených 10 kV, 5 kV a 2 kV FIB a štípaného povrchu, přičemž kontrast se výrazně mění mezi 2 kV a štípaným povrchem. Moje výsledky tyto data potvrzují a dále doplňují o měření na obrazu povrchu řezu 1 kV FIB (viz kap. 7.7). Přestože kontrast v obrazu povrchu řezu 1 kV je výrazně vyšší než řezu 2 kV, zdaleka nedosahuje kontrastu v obrazu štípaného povrchu. Je to způsobeno tím, že i 1 kV FIB vytvoří na povrchu amorfnní vrstvu, byť velmi tenkou, která sníží DC. Na povrchu štípaném se amorfnní vrstva nenachází, čímž je dosaženo maximálního kontrastu.

5.2.3 Ochrana povrchové vrstvy vzorku před poškozením FIB

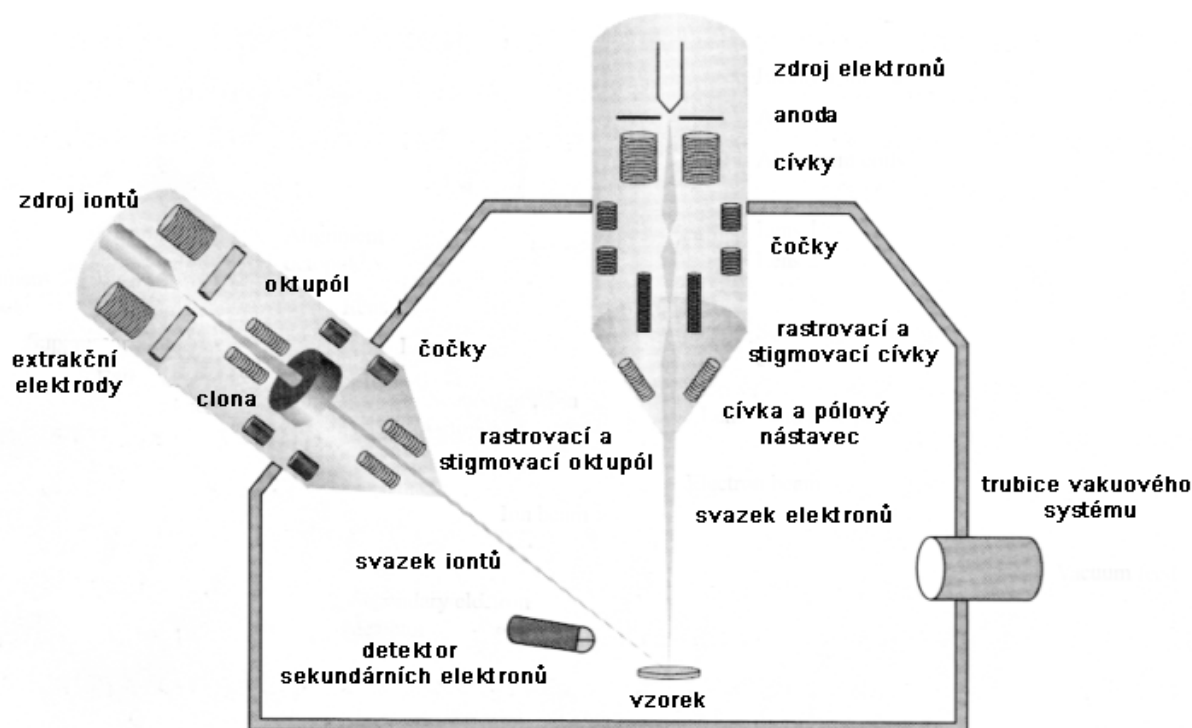
Vzhledem k tomu, že často potřebujeme analyzovat dopované vrstvy těsně pod povrchem vzorku, je potřeba zachovat povrch v co nejméně pozměněné podobě pro analýzu elektronovým svazkem. Aby povrch nebyl vystaven působení FIB během přípravy řezu, je účelné nejprve nanést na povrch ochrannou vrstvu, např. z platiny.

V nádobce umístěné v aparatuře mikroskopu je předehrává organokovová sloučenina obsahující platinu na teplotu asi 43 °C. Do blízkosti místa, na které je fokusován iontový

svazek, je umístěna jehla, kterou přivádíme tuto sloučeninu k povrchu. Molekuly sloučeniny adsorbují na povrch vzorku, kde jsou drženy slabými van der Waalsovými silami. Do stejného místa na vzorku dopadají také ionty fokusovaného iontového svazku, které svým dopadem způsobí emisi SE, sekundárních iontů a neutrálních atomů. Tyto částice přeruší vazby v organokovové molekule. Organická sloučenina je uvolněna do vakua a odčerpána vakuovým systémem a na povrchu zůstane vrstva platiny. Takto nanesená platinová vrstva chrání povrch před odprašovacími účinky iontového svazku [32].

5.2.4 Dvousvazkový systém elektronového mikroskopu

Používání pouze FIB přináší některé nevýhody. Mezi hlavní patří poškození povrchové vrstvy dopadajícími ionty, které je tím rychlejší a zasahuje do tím větší hloubky, čím je vyšší energie iontů. Takto je téměř znemožněno pozorování povrchových struktur. Je tedy potřeba zkrátit dobu expozice povrchu dopadajícími ionty na minimum a FIB používat co nejméně pro zobrazení povrchu, se kterým chceme pracovat. Protože přesné zobrazování povrchu je naprosto klíčové pro všechny výše zmíněné techniky, při kterých se používá FIB, výrobci elektronových mikroskopů vyvinuli dvousvazkový systém elektronového mikroskopu, tzv. Dual beam systém (viz obr. 5.2).



Obrázek 5.2: Dvousvazkový systém elektronového mikroskopu. Podle [32].

V jednom mikroskopu jsou umístěny jak systém FIB, tak elektronový rastrovací systém. Je-li aparatura správně seřízena, dopadají ionty a elektrony z obou systémů na stejné místo, čímž je umožněna práce s oběma svazky na jednom místě vzorku. Možnost dopadu elektronového a iontového svazku na jedno místo se s výhodou využívá k pozorování procesu, který probíhá pomocí FIB, elektronovým svazkem. Takto je umožněno sledovat např. průběh řezání do vzorku a zastavit jej v okamžiku, který potřebujeme.

5.3 Řez fokusovaným iontovým svazkem a následné čištění širokým iontovým svazkem

Zhoršení DC při přípravě vzorku řezem FIB kvůli vzniku amorfni vrstvy je možné výrazně zmírnit následným čištěním širokým iontovým svazkem (BIB, z angl. *broad ion beam*) argonu [15]. Barna et al. [3] ukázali, že použitím BIB o urychlovacím napětí 0,25 kV se tloušťka amorfni vrstvy sníží na 1 nm. Kromě snížení tloušťky amorfni vrstvy spočívá výhoda použití BIB argonu také v tom, že nedochází k implantaci galiových iontů, standardně používaných jako FIB, do křemíku. Vzhledem k tomu, že galium je dopant křemíku, může případná implantace galiových iontů změnit koncentraci dopantů ve vzorku a tím ovlivnit DC.

Protože jsem neměla BIB k dispozici, nebyla tato metoda zahrnuta do experimentální části mé práce.

5.4 Čištění povrchu plasmatickým výbojem

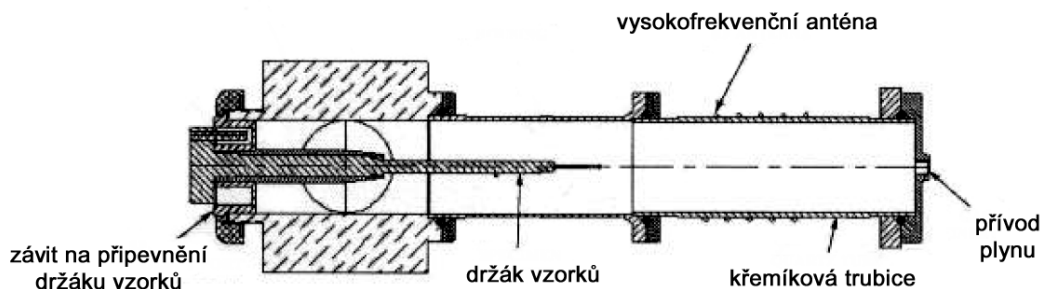
Jak bylo řečeno v odst. 5.2.2, příprava povrchu pro analýzu dopantů pomocí FIB způsobí vznik amorfni vrstvy na povrchu. Při štípání zase dochází ke kontaminaci povrchu atomy vzduchu během doby, kdy je štípnutý povrch na vzduchu. Tyto povrchové vrstvy ovlivňují DC. Čištění plasmatickým výbojem by mělo být schopno tyto vrstvy odstranit a zvýšit tak DC. Nejvýznamnější aplikace by měla spočívat v tom, že po vyčištění vzorku plasmatickým výbojem již nedochází ke kontaminaci povrchu uhlíkatými sloučeninami (především uhlovodíky) ze zbytkové atmosféry v komoře během rastrování elektronovým svazkem, čímž je umožněna časově delší analýza určitého místa vzorku bez ovlivnění povrchu dopadajícími elektrony. Pokud se již na povrchu nachází místa kontaminovaná rastrováním elektronovým svazkem, plasmatické čištění umožňuje tuto kontaminaci odstranit [14].

Množství kontaminace povrchu uhlovodíkovými sloučeninami závisí na těchto faktorech: historii přípravy a manipulace se vzorkem, koeficientu ulpění uhlovodíků na daném povrchu, kvalitě vakua v komoře mikroskopu, kontaminaci vakuového systému mikroskopu a hustotě proudu elektronového svazku a jeho energii. Plasmatické čištění by mělo být schopno odstranit tuto kontaminaci a zabránit jejímu tvoření při rastrování elektronovým svazkem.

5.4.1 Mechanismus plasmatického čištění

V plasmatické čističce se používá plasma z plynů přiváděných do vakuové komory čističky. Toto plasma vzniká pomocí vysokofrekvenčního oscilujícího elektromagnetického pole. Volné elektrony v komoře jsou tímto polem urychleny a podstupují srážky s atomy, čímž vzniká plasma. Vzhledem ke své mnohem menší hmotnosti jsou dále urychlovány na větší rychlosti než těžší ionty. Jakmile jsou dosaženy správné parametry procesu (tlak v komoře s plasmatickým výbojem, nastavení elektrod a vstupního napětí), jsou ionty urychleny nízkým napětím na vzorky umístěné v komoře [14]. Příklad takové plasmatické čističky je na obr. 5.3.

Plasma může být tvořeno různými plyny podle potřeby a materiálu vzorku. Kyslíkové plasma účinně odstraňuje uhlovodíky. Kyslík chemicky reaguje s uhlíkovými sloučeninami na povrchu za vzniku CO, CO₂ a H₂O, které jsou poté odčerpány vakuovými pumpami zajišťujícími nízký tlak v komoře. Na druhou stranu kyslík způsobí oxidaci povrchu, což



Obrázek 5.3: Schéma plasmatické čističky. Podle [14].

má také vliv na zobrazení v SEM. Směs 25% kyslíku a 75% argonu by též měla zajistit odstranění uhlovodíků, avšak manipulace s touto směsí je podstatně bezpečnější. Argon nereaguje s povrchem vzorku a je běžně používán v systémech FIB. Dále je možno použít čisté argonové plasma, které jemně odpráší povrchovou kontaminovanou vrstvu (narozdíl od vysokoenergetických iontů argonového FIB, které povrch poškodí). Další plyny mohou být použity např. na selektivní leptání povrchu [14].

Plasmatické čištění nemusí probíhat jen v samostatné plasmatické čističce, do které je nutné přenést vzorek za atmosférických podmínek. Mnohé elektronové mikroskopy mají uvnitř své vakuové komory zabudován systém pro tvorbu plasmatického výboje, např. dusíkového. Vzorek může zůstat během plasmatického čištění na stejném místě, ve kterém probíhá pozorování elektronovým svazkem.

Kapitola 6

Zpracování obrazů dopovaných polovodičů vytvořených v LVSEM

6.1 Numerické metody analýzy obrazů různě dopovaných polovodičů

6.1.1 Vstupní data

Každý obraz je reprezentován obrazovou maticí $A = [a_{i,j}]$, jejíž prvky $a_{i,j}$ se nazývají obrazové body - pixely. Dále budeme pod pojmem obraz rozumět obrazovou matici. Označme I obraz dopovaných vrstev pořízený v LVSEM a D černý obraz (tzv. darkframe), který jsme pořídili za stejných pozorovacích podmínek jako obraz I , ale znemožnili jsme dopad SE na fotonásobič (svazek PE se vychýlí tak, aby nedopadal na vzorek, čímž nedochází k tvorbě SE). Černý obraz je závislý na pozorovacích podmínkách (nastavený kontrast a jas detektoru určující napětí na fotonásobiči, rozlišení obrazu, rychlost rastrování, atd.), proto je nutné jej pořídit při každé změně pozorovacích podmínek během měření. Kalibrovaným obrazem K budeme nazývat obraz

$$K = I - D. \quad (6.1)$$

Tento obraz má lineární závislost hodnoty pixelu na počtu detekovaných SE, přičemž nulová hodnota pixelu reprezentuje nulový počet detekovaných elektronů.

6.1.2 Referenční oblast

Abychom mohli srovnávat obrazy povrchu vzorku připraveného různými metodami, musíme v obrazu K definovat referenční oblast, kterou budeme používat k normování obrazu. Označme průměrnou hodnotu pixelu v referenční oblasti k_r . Obrazem normovaným vzhledem k této referenční oblasti budeme nazývat obraz N_r definovaný takto:

$$N_r = \frac{1}{k_r} K. \quad (6.2)$$

Jako referenční je vhodné volit oblast, ve které by z fyzikální podstaty měla být intenzita stejná a je ve své podstatě referenční k ostatním oblastem ve vzorku (např. nedopovaná oblast, n-dopovaná oblast v případě analýzy různě p-dopovaných oblastí apod.).

6.1.3 Kontrast různě dopovaných vrstev

Smyslem této práce je nalézt vhodnou metodiku přípravy vzorků, která by umožnila zobrazit různě dopované části vzorku s maximálním kontrastem, a tím umožnila co nej-přesnější analýzu koncentrace dopantů. K tomu, abychom mohli jednotlivé metody objektivně srovnat, potřebujeme přesnou definici kontrastu. V rámci této práce budu používat následující definici.

Jak bylo uvedeno v kap. 4.3 a [8], intenzita SE signálu závisí lineárně na logaritmu koncentrace dopantů. Zapišeme-li tuto závislost jako

$$x = c \log n + b, \quad (6.3)$$

pak konstantu c budeme nazývat kontrast dopovaných vrstev v normovaném obrazu N_r . x je hodnota pixelu v normovaném obrazu, n je koncentrace dopantů a b je aditivní konstanta. Aby bylo možné porovnávat kontrast v různých obrazech, je nutné použít pro analýzu vždy stejně dopovanou oblast.

6.2 Vytvoření profilové křivky dopování

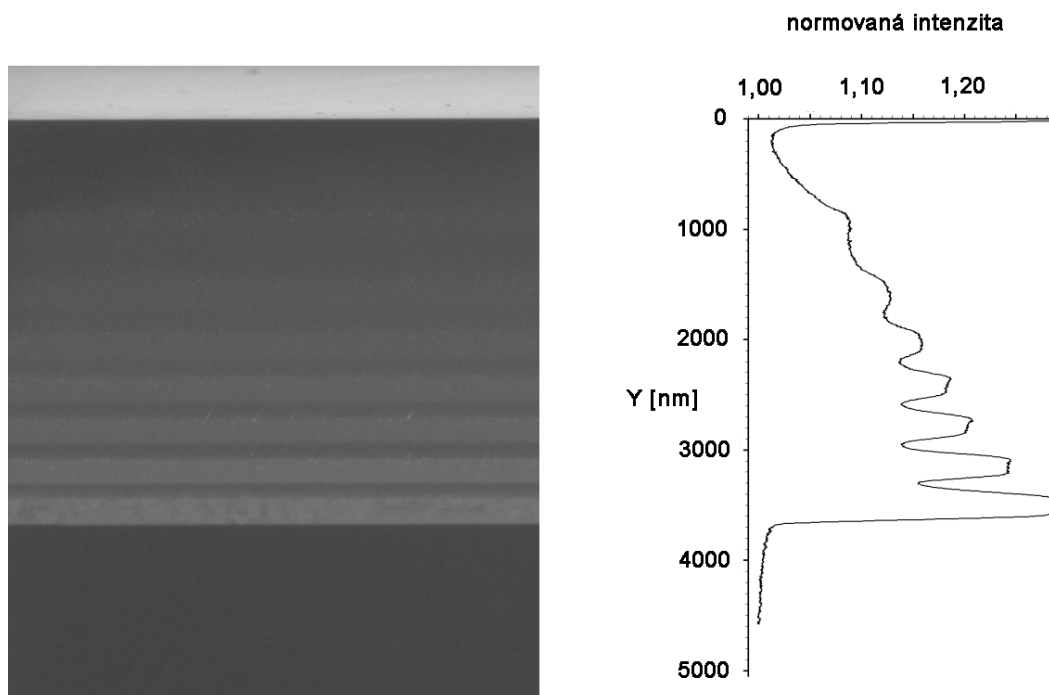
Při analýze obrazů dopovaných polovodičů vytvořených v LVSEM není vhodné analyzovat kontrast pro každý pixel samostatně, protože by získaná hodnota byla zatížena velkou statistickou chybou. Pokud analyzujeme obrazy, na kterých jsou dopované vrstvy horizontálně, je mnohem vhodnější analyzovat kontrast průměrné hodnoty pixelů v řádku obrazu.

Tento postup je možné aplikovat i na testovací vzorek, který jsem měla k dispozici v rámci této diplomové práce (detailní popis struktury vzorku viz kap. 7.1). Příklad naměřeného obrazu tohoto vzorku, na kterém je potřeba analyzovat kontrast dopovaných vrstev, je na obr. 6.1.

6.2.1 Postup při analýze obrazů

Aby bylo při zpracování naměřených obrazů dosaženo co nejpřesnějších výsledků, je třeba splnit tyto podmínky.

- Obrazy, které chceme navzájem porovnávat (např. abychom zjistili, ve kterém je kontrast dopovaných vrstev větší), musí být snímány za stejných podmínek. To znamená v prvé řadě stejný kontrast a jas detektoru. Splnění této podmínky je zcela zásadní, protože změna kontrastu a jasu detektoru ovlivní spočtenou hodnotu kontrastu, přestože jsme použili normovaný obraz. Důvodem je, že nedopovaná oblast také emituje SE a nereprezentuje tedy nulovou intenzitu v obrazu. Dále je potřeba stejné urychlovací napětí dopadajícího elektronového svazku a jeho proud, pokud možno stejný tlak v komoře mikroskopu, stejné zvětšení, pracovní vzdálenost (vzdálenost vzorku od pólového nástavce), stejný detektor a detekovaný signál.
- Jestliže analyzujeme vodorovné vrstvy a počítáme aritmetický průměr pixelů z celého řádku, pak je velmi důležité, aby byly vrstvy přesně vodorovné. Pokud tomu tak není, pak body určitého řádku nespádají vždy do stejně dopované vrstvy a analýza je tak zkreslena. Pokud máme nasnímány obrazy, ve kterých vrstvy přesně vodorovné nejsou, je nutné obraz ve vhodném počítačovém programu na zpracování obrazů otočit tak, aby vrstvy vodorovné byly.



Obrázek 6.1: Typický obraz dopovaných vrstev analyzovaných v rámci této práce. Zorné pole obrazu je $4,74 \mu\text{m} \times 5,66 \mu\text{m}$, použitá energie elektronového svazku 1 keV. Vpravo je vertikální profil normovaného obrazu. Na ose označené Y je vzdálenost vrstvy od povrchu vzorku. Jako referenční byla zvolena oblast n-dopovaného substrátu, tedy tmavé oblasti ve spodní části obrazu.

Potom postup při analýze naměřených obrazů dopovaných vrstev je následující:

1. Spočteme kalibrovaný obraz užitím vztahu 6.1.
2. Otočíme obraz tak, aby byly vrstvy přesně vodorovné. Je potřeba změřit úhel, který svírá vrstva, která má být vodorovná, s vodorovným směrem. Nejvíce kontrastní je přechod nejvíce p-dopovaná vrstva - n-dopovaný substrát, proto je vhodné měřit úhel od vodorovného směru právě tohoto přechodu. O změřený úhel pak obraz otočíme.
3. Vybereme referenční oblast a spočteme normovaný obraz dle vztahu 6.2. Za referenční hodnotu I_{ref} byl pro všechny obrazy zde uvedené zvolen aritmetický průměr intenzity obrazových bodů z oblasti n-dopovaného substrátu, tedy tmavé oblasti ve spodní části obrazu.
4. Spočteme aritmetický průměr pixelů normovaného obrazu v řádcích.
5. Průměrné hodnoty pixelů v řádcích normovaného obrazu vyneseme do grafu, na jehož x -ovou osu vyneseme odpovídající vzdálenost na vzorku. (U obr. 6.1 je tento graf pro názornost otočen o 90° , aby byla zřejmá souvislost obrazu s grafem. V dalších kapitolách je vzdálenost na vzorku vždy na x -ové ose.)

Takto dostaneme vertikální profil obrazu dopovaných vrstev, pomocí něhož můžeme spočítat kontrast dopovaných vrstev v daném obrazu. Jestliže jsme při snímání obrazů

dodrželi výše uvedené podmínky, pak můžeme srovnávat kontrast dopovaných vrstev v obrazech povrchu vzorku připraveném různými metodami, a tak nalézt nejvhodnější metodu přípravy vzorků pro analýzu dopovaných vrstev.

Kapitola 7

Naměřená experimentální data

7.1 Struktura testovacího vzorku

Experimenty v rámci této diplomové práce byly prováděny na vzorku připraveném Dipl. Ing. Cornelií Rodenburg, PhD. molekulární svazkovou epitaxí na Materials Science and Engineering, University of Shuffield ve Velké Británii. Nákres struktury tohoto vzorku je na obr. 7.1. Jedná se o antimonem dopovaný křemíkový substrát, na kterém jsou nanесeny bórem dopované křemíkové vrstvy s různou koncentrací dopantů. Tyto vrstvy jsou odděleny vrstvou nedopovaného křemíku, která se nachází také na povrchu vzorku.

Si	500 nm
B-dopovaný Si, $c=1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$	200 nm
Si	150 nm
B-dopovaný Si, $c=1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	200 nm
Si	150 nm
B-dopovaný Si, $c=1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$	200 nm
Si	150 nm
B-dopovaný Si, $c=5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$	200 nm
Si	150 nm
B-dopovaný Si, $c=1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$	200 nm
Si	150 nm
B-dopovaný Si, $c=3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$	200 nm
Si	150 nm
B-dopovaný Si, $c=7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$	200 nm
Sb-dopovaný Si, $c=7 \times 10^{19}$	
substrát	

Obrázek 7.1: Nákres struktury testovacího vzorku. Informace o tloušťkách a dopování jednotlivých vrstev poskytla Dipl. Ing. Cornelia Rodenburg, PhD., Materials Science and Engineering, University of Sheffield, Velká Británie.

7.2 Experimentální zařízení

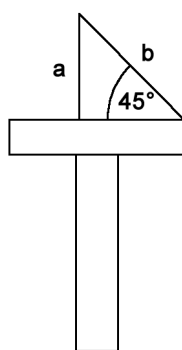
Pro pozorování dopovaných vrstev jsem používala rastrovací elektronový mikroskop FEI Helios 450S se systémem Dual beam. Jako zdroj elektronů je používán Schottkyho autoemisní zdroj. Při zobrazování bylo použito módu Ultrahigh resolution, což znamená, že objektivová čočka byla v imersním zapojení. Vzorek se tedy nacházel v magnetickém poli, což ovlivnilo trajektorie SE k detektoru. Pracovní vzdálenost byla 4 mm, není-li uvedeno jinak. Všechny obrazy použité v této práci byly pořízeny za následujících podmínek.

energie elektronového svazku	1 keV
proud elektronového svazku	50 pA
detektor SE	TLD
zorné pole obrazů	$8,53 \mu\text{m} \times 5,69 \mu\text{m}$
rozlišení	2,78 nm/pixel
čas, po který elektronový svazek při rastrování setrvá na jednom místě (tzv. dwell time)	10 μs
kontrast	61,9
jas detektoru	41,4
tlak v komoře při měření	$(0,9 - 1,5) \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$

Tabulka 7.1: Použité pozorovací podmínky

7.3 Štípání

Štípání vzorku je destruktivní metoda, při které je vzorek rozštípnut na dvě nebo více částí a zkoumá se povrch lomu. Povrch vzorku se nařízne diamantovým nožem, přidrží se mezi dvěma pevnými plochami a tlakem na jednu stranu se zlomí.



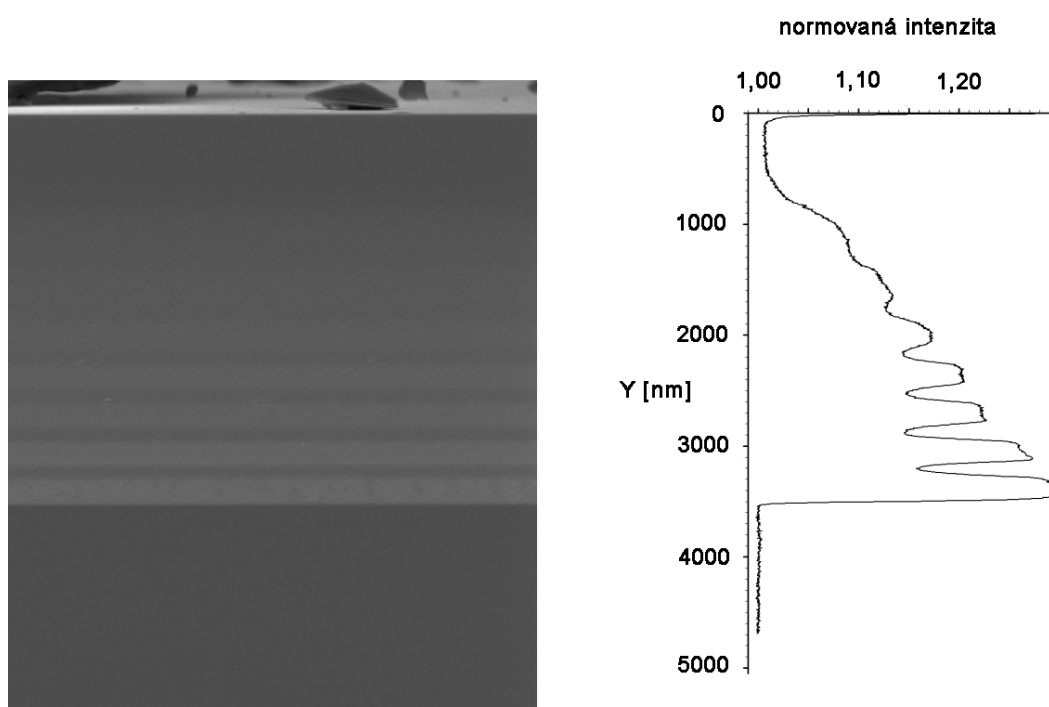
Obrázek 7.2: Boční schematický pohled na držák vzorku, který umožňuje pozorování lomové plochy štípaného vzorku připevněného na plochu označenou **a** a pozorování a opracovávání povrchu vzorku pomocí FIB a následné pozorování elektronovým svazkem vzorku připevněného na plochu **b**.

Aby bylo možno analyzovat povrch lomu elektronovým svazkem kolmým na povrch lomu, byl vyroben držák vzorku, na který je možno umístit vzorek tak, že jeho největší

plocha je rovnoběžná s elektronovým svazkem (schematický náčrt držáku je na obr. 7.2). Vzorek se umístí substrátem na plochu označenou **a** a lomová strana je potom pozorována elektronovým svazkem dopadajícím kolmo na povrch.

Tento držák je také možné s výhodou využít na tvorbu a pozorování řezů FIB na boční stěně vzorku. Vzorek se umístí substrátem na plochu označenou **b**, čímž je umožněno pozorování a opracovávání povrchu FIB dopadajícím kolmo na povrch a po následném natočení držáku se vzorkem pozorování tohoto povrchu pomocí elektronového svazku též kolmo k povrchu. Toto by nebylo možné, nebyl-li by vzorek přednakloněn o úhel 45° , protože maximální možné naklonění držáku se vzorky v mikroskopu je 52° a pro pozorování řezu FIB elektronovým svazkem je nutné jej natočit o 90° . Detailní popis přípravy vzorků pomocí FIB je uveden v kap. 7.7.

Jak již bylo řečeno v kapitole 5.1, štípáním dostaneme nejvyšší kontrast dopovaných vrstev v obrazu SE. Tato skutečnost byla potvrzena měřením na testovacím vzorku.



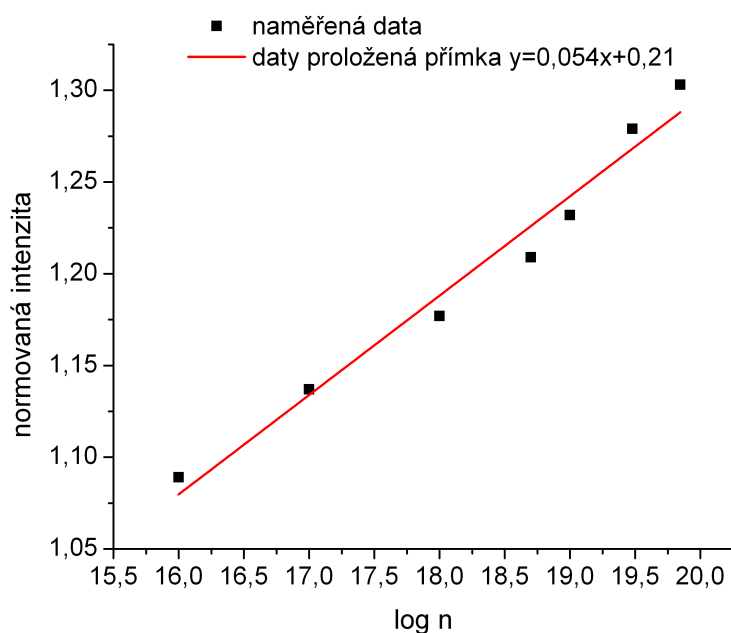
Obrázek 7.3: Obraz dopovaných vrstev na lomové ploše štípaného vzorku. Zorné pole $4,74 \mu\text{m} \times 5,66 \mu\text{m}$. Vpravo je vertikální profil normovaného obrazu. Na ose označené Y je vzdálenost vrstvy od povrchu vzorku.

Na obr. 7.3 je obraz SE dopovaných vrstev na lomové ploše štípaného vzorku. Je možné již pouhým okem rozeznat všech sedm dopovaných vrstev. V dolní části obrazu je n-dopovaný substrát, který má nejmenší intenzitu I_n . Intenzita I_p p-dopovaných vrstev a nedopované povrchové vrstvy I_i jsou ve vztahu $I_n < I_i < I_p$, což je v souladu s teoretickými modely i experimentálně naměřenými daty jinými výzkumnými skupinami (viz kap. 4.3). Zajímavé ovšem je, že nedopované vrstvy mezi p-dopovanými mají intenzitu větší než nejméně p-dopovaná vrstva (viz obr. 7.3) a tato intenzita roste s koncentrací dopantů p-dopovaných vrstev, které danou nedopovanou vrstvu obklopují.

Tento jev má pravděpodobně několik příčin. Interakční objem elektronového svazku s energií 1 keV má velikost asi 25 nm, tloušťka nedopovaných vrstev je 150 nm. Na rozhraní vrstvy p-dopované a nedopované tedy očekáváme postupný pokles intenzity z intenzity

dané koncentrací dopantů p-dopované vrstvy na intenzitu nedopované vrstvy. Ve vzdálenosti od rozhraní větší než 25 nm by tedy měla být intenzita stejná jako u nedopované povrchové vrstvy. Velikost interakčního objemu tedy způsobuje postupnou změnu intenzity na rozhraní, nevysvětluje však zvýšenou intenzitu SE signálu z nedopované vrstvy tlusté 150 nm.

Otázkou také je, zda nedopované vrstvy oddělující p-dopované jsou opravdu zcela nedopované. Tuto hypotézu jsem však neměla možnost ověřit.



Obrázek 7.4: Závislost maxima normované intenzity jednotlivých dopovaných vrstev v obr. 7.3 na logaritmu dopování těchto vrstev. Proložení přímky touto závislostí byl zjištěn kontrast dopovaných vrstev 0,054 (viz vztah (6.3) na str. 29).

Na obr. 7.4 je graf závislosti maxima normované intenzity jednotlivých dopovaných vrstev v obr. 7.3 na logaritmu dopování těchto vrstev. Dle [29] by tato závislost měla být lineární. Nesoulad mezi lineární závislostí a naměřenými daty může mít několik příčin.

1. Dle dostupných informací byla lineární závislost intenzity SE obrazu na logaritmu dopování publikována pouze jednou ([29]), nelze tedy tento fakt brát jako spolehlivý. Ovšem měření povrchů připravených pomocí FIB vykazují tuto závislost lineární velice přesně (viz odst. 7.7.2, obr. 7.21), čímž potvrzují výsledky publikované v [29].
2. Informace o koncentraci dopantů v jednotlivých vrstvách mohla být nepřesná. Potom by body na grafu 7.4 měly chybnou x -ovou složku a závislost by lineární nebyla. Potom by ovšem nemohla být závislost lineární ani v případě vzorků připravených pomocí FIB, což pozorováno nebylo.
3. Při štípání je vzorek zlomen kolmo na směr, ve kterém jsou krystalové roviny vázány nejmenší silou. Lom bohužel velice často není rovinný, ale nachází se na něm množství lomů a jiných poruch. To znemožňuje analýzu daného lomu a je nutné

najít jiné místo nebo vzorek štípnout znovu. Ovšem také tehdy, kdy na pozorovaném místě nejsou pozorovatelné žádné defekty a lom se jeví jako rovinný, rovinný být nemusí. Jednotlivé vrstvy mohou mít různé mechanické vlastnosti a tedy každá rovina lomu dané vrstvy svírá s dominantní rovinou lomu jiný úhel. Jiný úhel lomu vrstvy způsobí změnu počtu emitovaných SE a tedy změnu intenzity v obrazu SE. Této hypotéze odpovídá různý tvar maxima normované intenzity z různě dopovaných vrstev, viz obr. 7.3. Měření profilu povrchu lomu pomocí řezu FIB a následné pozorování elektronovým svazkem pak tuto hypotézu potvrdilo.

Nicméně pro zjištění kontrastu dopovaných vrstev se dá naměřenými daty proložit přímka i v případě, že data přesně lineární závislost nevykazují. Přímka proložená naměřenými body na obr. 7.4 má směrnici 0,054, což udává kontrast dopovaných vrstev v obr. 7.3. U dalších měření na štípaném vzorku se kontrast pohyboval v intervalu $\langle 0,46; 0,61 \rangle$. Tento široký interval je dán různým úhlem povrchu lomu vůči elektronovému svazku při jednotlivých měřeních.

Štípání je tedy metoda, při které dosáhneme vysokého kontrastu dopovaných vrstev, které jsou dobře rozeznatelné již pouhým okem. Intenzita signálu SE z dopované oblasti ovšem neposkytuje přesnou kvantitativní informaci o koncentraci dopantů ve vrstvě, protože není přesně znám úhel náklonu vrstvy vůči elektronovému svazku. Různý úhel náklonu vrstev tak znemožní přesnou analýzu koncentrace dopantů.

7.4 Plasmatické čištění a jeho délka

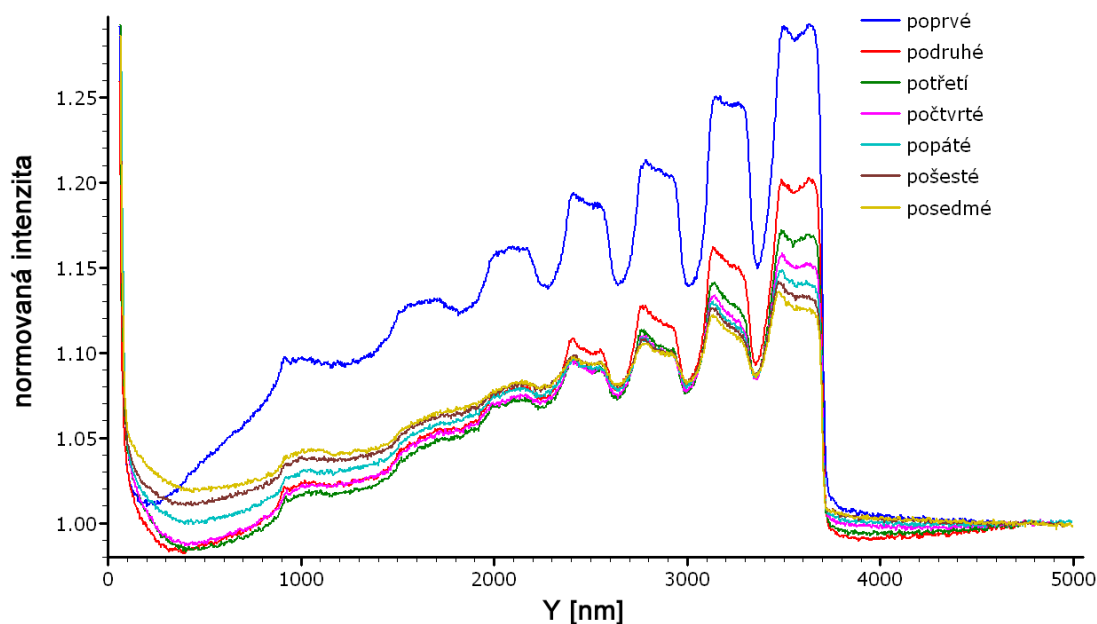
Při analýze dopovaných vrstev pomocí LVSEM je velice důležité, aby byl obraz snímán z oblasti neovlivněné dřívějším rastrováním elektronovým svazkem. Každé rastrování způsobí vznik uhlíkové kontaminační vrstvy ze zbytkové atmosféry na rastrováných místech, čímž dojde k ovlivnění intenzity v obrazu vzniklého dalším rastrováním. Plasmatické čištění vhodné délky by mohlo zamezit vzniku této vrstvy, čímž by bylo možné rastrovat po povrchu před vlastním pořízením obrazu bez ovlivnění intenzity v tomto obrazu.

Na obr. 7.5 vidíme pokles kontrastu dopovaných vrstev s rostoucím počtem rastrování po povrchu štípaného vzorku. Zatímco při prvním rastrování je normovaná intenzita nejvíce dopované vrstvy 1,30 a nejméně dopované 1,10, při sedmém rastrování je intenzita nejvíce dopované vrstvy 1,12 a nejméně dopované 1,04. Naopak intenzita povrchové nedopované oblasti s rostoucím počtem rastrování rostla. Je pravděpodobné, že se intenzita všech oblastí nezávisle na dopování postupně blížila intenzitě uhlíkové vrstvy, která na povrchu vznikala rastrováním. Tento předpoklad byl také experimentálně ověřen, viz kap. 7.5.

Všechny tyto změny v kontrastu obrazu by zásadně ovlivnily analyzovanou koncentraci dopantů v jednotlivých vrstvách, proto je vhodné nalézt metodu, jak kontaminaci uhlíkem zabránit.

7.4.1 Plasmatické čištění in situ

Mikroskop, na kterém jsem prováděla měření, umožňuje plasmatické čištění vzorků přímo uvnitř vakuové komory. Vakuová komora je zavzdušněna dusíkem, lze tedy předpokládat, že plasmatický výboj je z větší části tvořen dusíkovými ionty. Byla provedena série čištění na štípaném vzorku. Štípnutý vzorek byl podroben plasmatickému čištění po dobu 1 min.



Obrázek 7.5: Vliv opakovaného rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku (bez plasmatického čištění).

Poté byl pořízen obraz dopovaných vrstev a následně bylo na témže místě pořízeno dalších 6 obrazů. Na těchto 7 obrazech je možné pozorovat vliv plasmatického čištění na změnu intenzity emise SE při opakovaném rastrování. Následovala další 1 min čištění a opět 7 obrazů na jednom místě až do délky čištění 6 min.

Plasmatické čištění nastavené na 1 min ve skutečnosti trvá asi 40 s, protože prvních 20 s dochází k zažehování výboje. Délka této počáteční prodlevy je různá a závisí na tom, před jak dlouhou dobou bylo plasmatické čištění naposledy použito. Proto, zatímco první plasmatické čištění nastavené na 1 min ve skutečnosti trvalo jen 40 s, další 1 min již znamenala 45 s čištění a nastavení šesté 1 min znamenalo přibližně 55 s čištění.

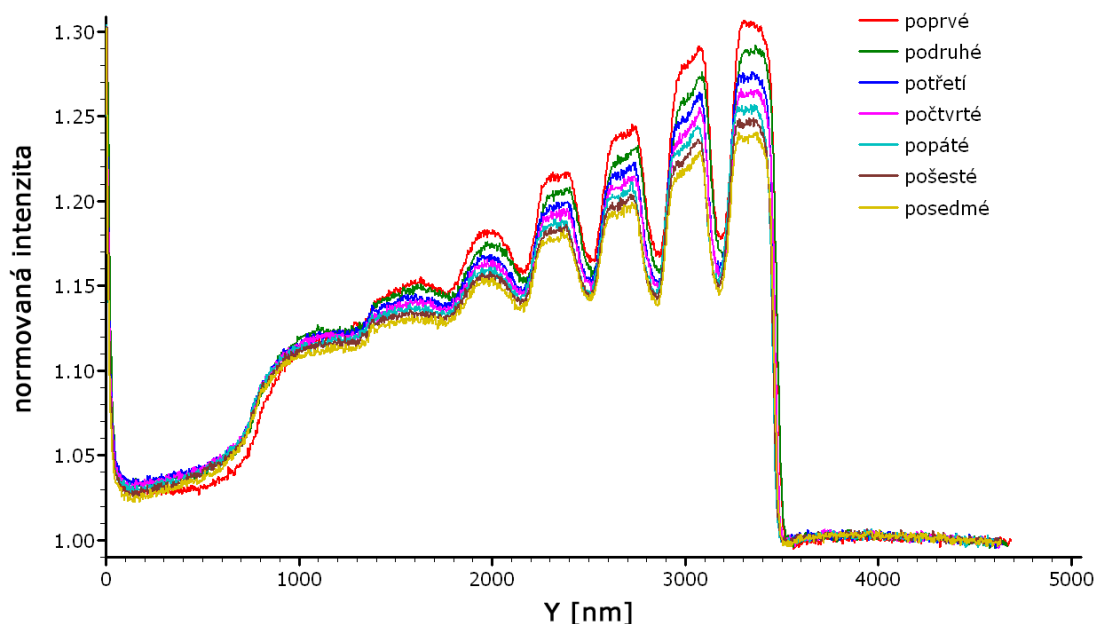
1 min plasmatického čištění

Výhodou takto krátkého čištění je, že příliš nesníží kontrast dopovaných vrstev oproti pouze štípanému vzorku (viz obr. 7.6 a 7.5). Zatímco normovaná intenzita nejvíce dopované vrstvy je u štípaného vzorku asi 1,32, po plasmatickém čištění je 1,30.

Zásadní vliv ovšem mělo plasmatické čištění na změnu intenzity v obrazu při opakovaném rastrování. Intenzita všech dopovaných vrstev s počtem rastrování klesá, přičemž čím je vrstva více dopovaná, tím je tento efekt výraznější. Nedopovaná povrchová vrstva si zachovává intenzitu téměř konstantní, popř. mírně roste. Plasmatické čištění tedy téměř nezměnilo kontrast dopovaných vrstev rastrováných poprvé (kontrast 0,050), ovšem opakované rastrování pak způsobí pouze rovnoměrný pokles kontrastu (na hodnotu 0,034), čímž nedojde k znemožnění kvalitativní analýzy dopovaných vrstev.

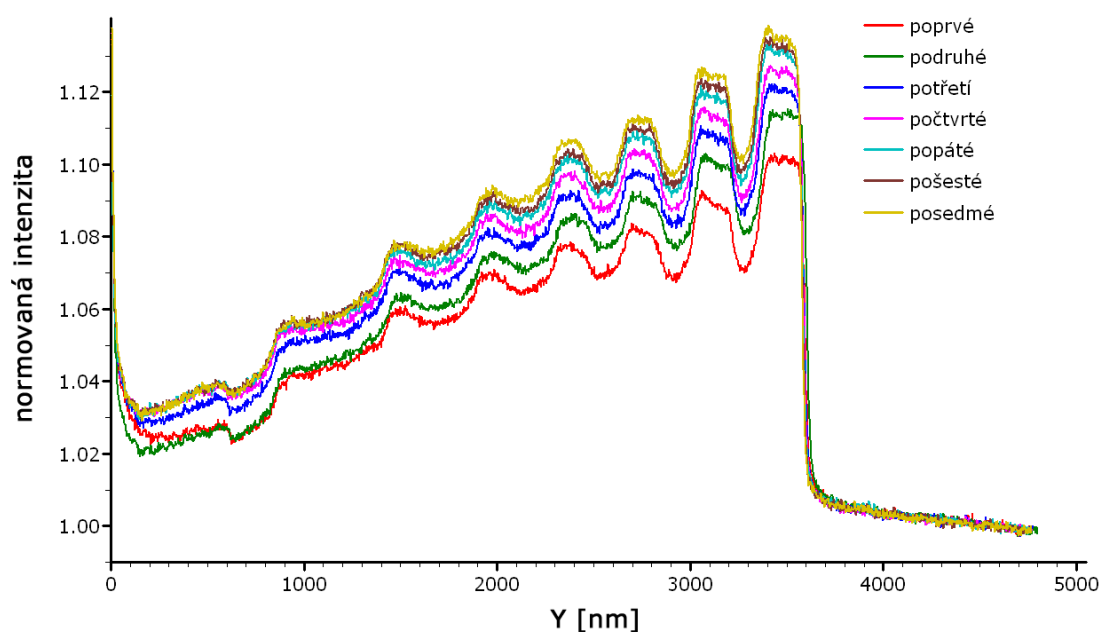
2 min plasmatického čištění

Plasmatické čištění v délce 2 min již způsobí výrazný pokles normované intenzity obrazu a tedy i velmi výrazný pokles kontrastu dopovaných vrstev (viz obr. 7.7). Nejvíce dopovaná



Obrázek 7.6: Vliv opakovaného rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku po plasmatickém čištění trvajícím 1 min.

vrstva má intenzitu pouze 1,10 a kontrast dopovaných vrstev je pouze 0,014.



Obrázek 7.7: Vliv opakovaného rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku po plasmatickém čištění trvajícím 2 min.

Narozdíl od pouze štípaného vzorku i štípaného vzorku plasmaticky čištěného 1 min normovaná intenzita obrazu roste s počtem rastrování. Kontrast při prvním rastrování byl 0,014, u sedmého již 0,019. Další zvyšování kontrastu rastrováním nepředpokládám vzhledem k velmi malému rozdílu intenzit při šestém a sedmém rastrování.

Detailní výzkum rozdílného chování pouze štípaného vzorku a štípaného vzorku po plasmatickém čištění delším než 1 min je popsán v kap. 7.5.

Plasmatické čištění delší než 2 min

Zvýšení doby plasmatického čištění má za následek další snižování normované intenzity v obrazu a tím i kontrastu dopovaných vrstev. Při zvyšování počtu rastrování opět dochází k nárůstu intenzity i kontrastu dopovaných vrstev.

Plasmatické čištění má velký vliv na kontrast dopovaných vrstev. Jako nejvhodnější považuji jej tedy vůbec nepoužít a po povrchu, který potřebujeme analyzovat, rastrujeme před vlastním měřením co nejméně a to s malým rozlišením, menším zvětšením a co nejmenším časem, po který elektronový svazek setrvává na jednom místě na povrchu (tzv. dwell time). Tím povrch kontaminujeme rastrováním jen velmi málo. Tyto zásady byly dodržovány při snímání všech obrazů zde použitých. Křivka označená „poprvé“ na všech grafech předchozích i následujících tedy znamená první rastrování při rozlišení 2,77 nm/pixel a všech ostatních parametrech uvedených v tabulce 7.1.

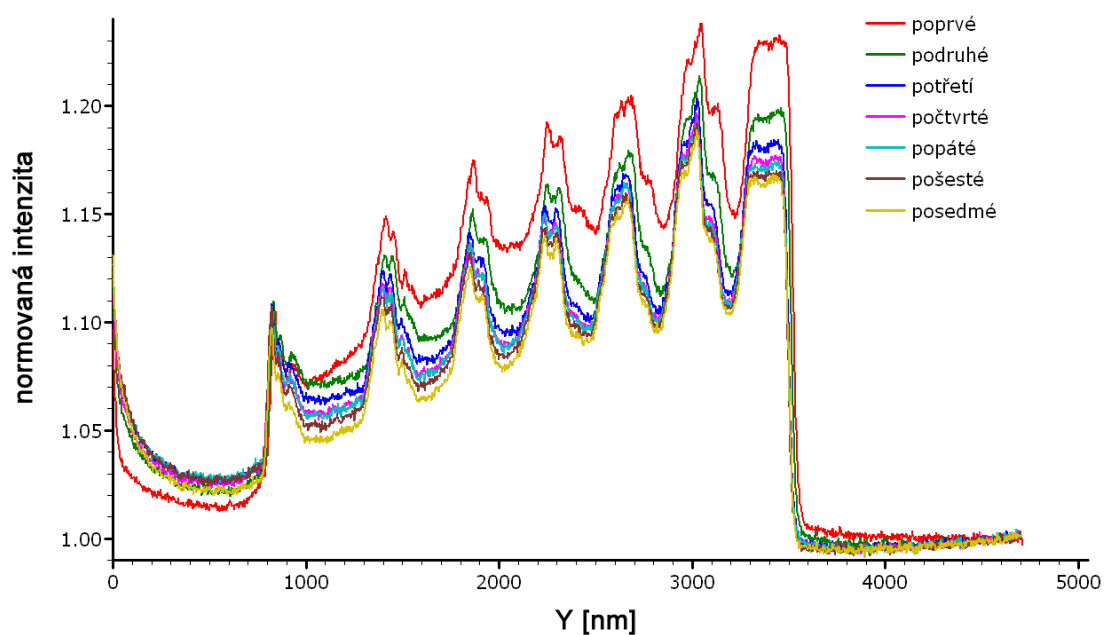
Často je však potřeba při analýze povrchu pořídit více obrazů na jednom místě. Aby mezi jednotlivými obrazy nedošlo k velké změně intenzity vlivem kontaminace rastrováním, pak je výhodné před prvním pozorováním provést plasmatické čištění in situ dusíkovým plasmatem v délce 1 min.

7.4.2 Plasmatické čištění ex situ argonovým plasmatem

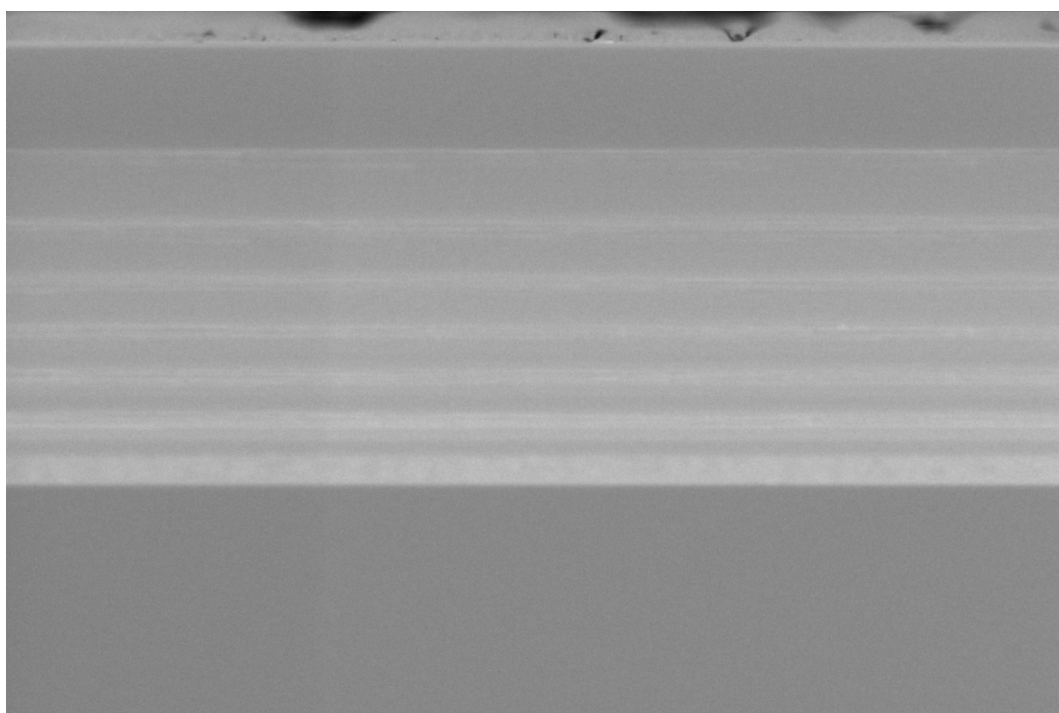
Byl proveden experiment, při kterém byl vzorek štípnut, povrch lomu pozorován v elektronovém mikroskopu, poté byl vyjmut z mikroskopu, vložen do plasmatické čističky (Fischi-one instruments, model 1020) a podroben plasmatickému čištění argonovým plasmatem po dobu 5 min. Bezprostředně poté byl vzorek vložen do vakuové komory mikroskopu a bylo sejmuto 7 obrazů dopovaných vrstev na jiném místě, než byl lom pozorován před plasmatickým čištěním.

Na obr. 7.8 vidíme, že plasmatické čištění argonovými ionty v plasmatické čističce snížilo intenzitu v obrazu normovanou na n-dopovaný substrát, čímž došlo i ke snížení kontrastu dopovaných vrstev. Ani při opakovaném štípání se mi nepodařilo dostat lom takový, aby se dal spočítat kontrast dopovaných vrstev. Ostrá maxima, viditelná na obr. 7.8, jsou způsobena strukturami, vzniklými na rozhraních dopovaných vrstev, které lze pozorovat na obrazu SE 7.9. Tyto struktury, vyskytující se v celé šířce pozorované oblasti lomu, zcela změnily tvar maxim a znemožnily tak výpočet kontrastu dopovaných vrstev. Obr. 7.9 je první rastrování povrchu po plasmatickém čištění a byla z něj spočtena červená křivka na obr. 7.8.

Z grafů uvedených na obr. 7.8 vyplývá, že plasmatické čištění argonovým plasmatem nezabrání kontaminaci povrchu uhlíkem vzniklou opakovaným rastrováním po povrchu. Není tedy vhodné používat toto čištění na površích určených pro analýzu dopovaných struktur.



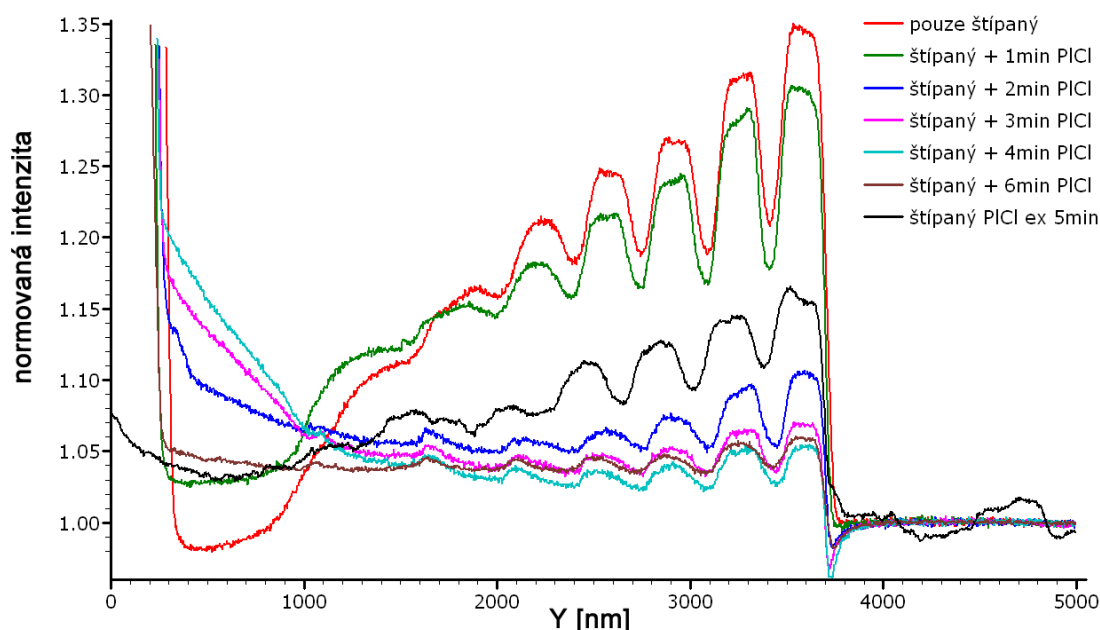
Obrázek 7.8: Vliv opakovaného rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku po plasmatickém čištění trvajícím 2 min ionty Ar^+ v plasmatické čističce.



Obrázek 7.9: Obraz dopovaných vrstev na lomové ploše štípaného vzorku plasmaticky vyčištěného argonovým plasmatem po dobu 5 min ex situ v plasmatické čističce. Zorné pole obrazu je $8,53 \mu\text{m} \times 5,68 \mu\text{m}$. Kontrast obrazu byl maximálně zesílen pro zviditelnění struktur na rozhraní dopovaných vrstev a neodpovídá naměřenému obrazu.

7.4.3 Srovnání vlivu plasmatického čištění in situ a ex situ na analýzu dopovaných vrstev

Na obr. 7.10 můžeme srovnat vertikální profily normovaných obrazů štípaného vzorku po plasmatickém čištění in situ různé délky a ex situ délky 5 min. Je zřejmé, že s rostoucí délkou plasmatického čištění in situ klesá normovaná intenzita v obrazu i kontrast dopovaných vrstev. Plasmatické čištění ex situ argonovým plasmatem způsobí podstatně menší pokles intenzity než in situ odpovídající délky. Pravděpodobně je to způsobeno jiným charakterem plasmatického výboje v plasmatické čističce a v komoře mikroskopu a také tím, že vzorek čištěný ex situ byl vystaven atmosférickým podmínkám při přenosu vzorku do plasmatické čističky a zpět do mikroskopu.



Obrázek 7.10: Srovnání vertikálních profilů normovaných obrazů dopovaných vrstev štípaného vzorku po plasmatickém čištění in situ (v grafu zkráceno na PICl) různé délky a po plasmatickém čištění ex situ 5 min ionty Ar^+ v plasmatické čističce (v grafu zkráceno na PICl ex). Pro lepší srovnání byly křivky byly posunuty tak, aby největší gradient intenzity určující rozhraní substrát - nejvíce p-dopovaná vrstva byl vždy v bodě $Y = 3700$ nm.

7.4.4 Analýza povrchových vrstev vzniklých plasmatickým čištěním rentgenovou spektroskopií

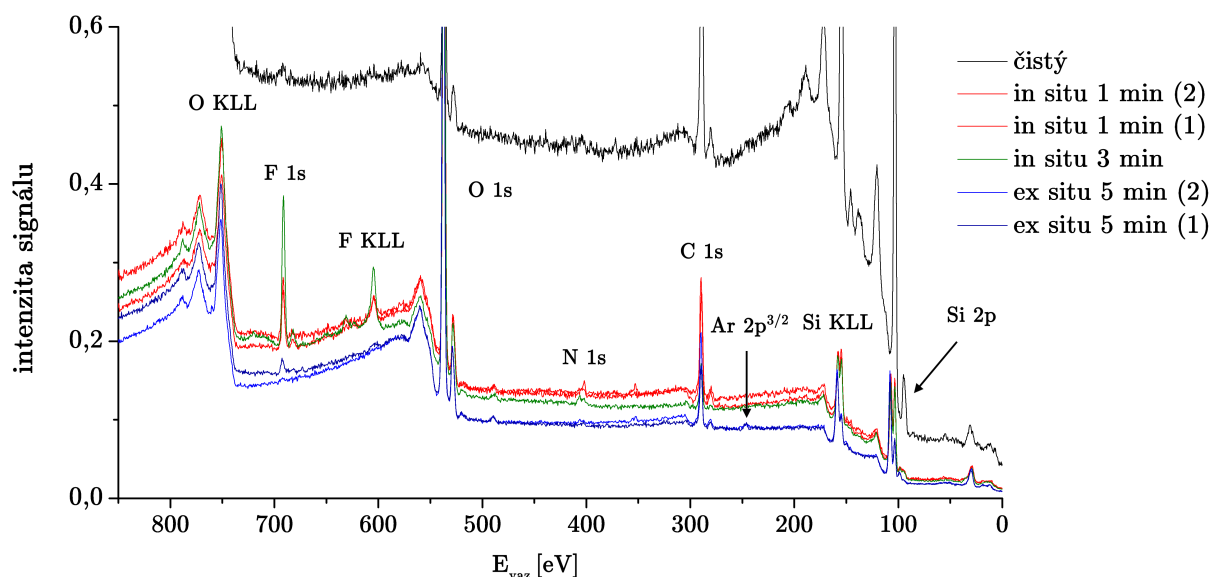
Byla provedena rentgenová spektroskopie¹ (tzv. XPS, z angl. *x-ray photoelectron spectroscopy*, detailní popis metody viz [10]) vzorků podrobených plasmatickému čištění pro zjištění změny chemického složení povrchu v průběhu plasmatického čištění. Implantace iontů tvořících plasma a tvorba nových sloučenin a vrstev na povrchu ovlivňuje počet emitovaných SE a tím i intenzitu obrazu v LVSEM.

¹Rentgenová spektroskopie byla provedena na vakuovém rentgenovém spektroskopu, který se nachází v Laboratoři čistých prostor na Ústavu fyzikálního inženýrství VUT v Brně.

Vzorek, použitý v tomto experimentu, byl celý složen ze silně bórem dopovaného křemíku. Štípaný povrch je v době pozorování v LVSEM pokryt jen velmi tenkou vrstvou SiO_2 a bez dalších nečistot. Aby byl povrch vzorku srovnatelný se štípaným povrchem, byl podroben leptání.

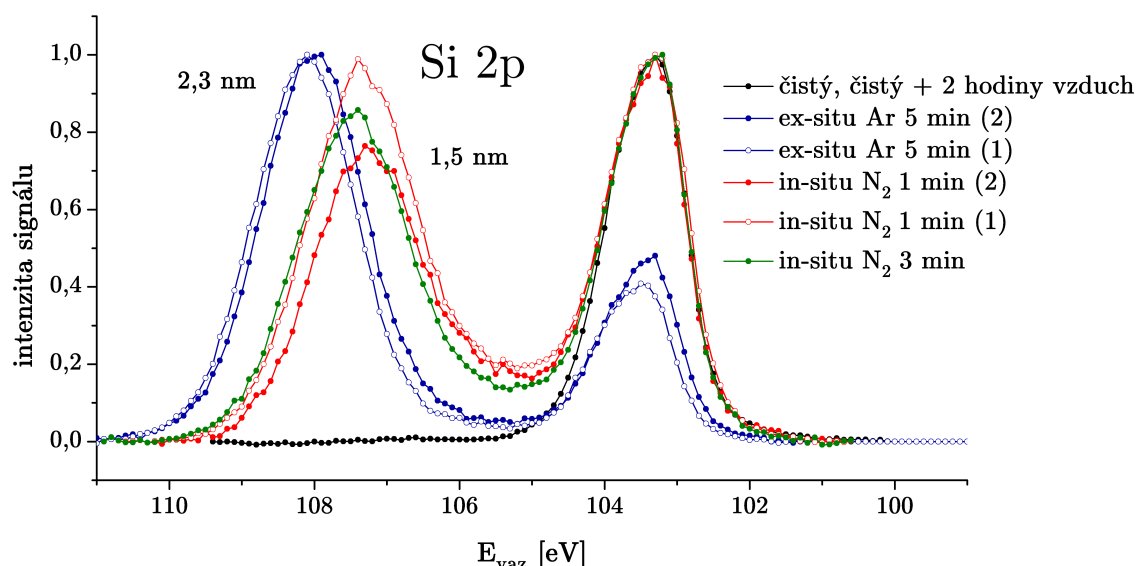
Povrch vzorku byl vyčištěn pomocí leptání v 1:5 roztoku 38% HF a 40% NH_4F po dobu 30 s a následně v 40% NH_4F o teplotě 70°C po dobu 6 min. Poté byl opláchnut destilovanou vodou. Tento postup byl zvolen proto, že na povrchu takto připraveném roste velmi pomalu oxidová vrstva (po 4 hodinách na vzduchu vyroste asi 0,15 nm tlustá vrstva SiO_2) [20]. Tím vznikl dostatek času na přenesení vzorku za atmosférického tlaku do plasmatické čističky či mikroskopu bez rychlé kontaminace vrstvou oxidu.

Následně byl vzorek do 15 min vložen do vakuové komory elektronového mikroskopu a podroben plasmatickému čištění dusíkovým plasmatem po dobu 1 min. Poté byl vzorek vyjmut a přenesen do vakuové aparatury rentgenového spektroskopu, kde byla provedena analýza složení povrchu. Celý tento proces trval maximálně 1 hod. Stejným způsobem byl analyzován vzorek po plasmatickém čištění dusíkem po dobu 3 min a argonem v plasmatické čističce po dobu 5 min. V případě čištění argonem nebyl vzorek vložen do elektronového mikroskopu, ale pouze do plasmatické čističky. Dále byl jako reference analyzován vzorek čistého Si pouze vyleptaný a ponechaný 2 hodiny na vzduchu. Analýzou tohoto vzorku můžeme určit kontaminační vrstvy vzniklé ponecháním vzorku za atmosférického tlaku, čímž lze u vzorků přenesených za atmosférického tlaku k plasmatickému čištění odlišit vrstvy vzniklé čištěním od kontaminačních vrstev narostlých na vzduchu.



Obrázek 7.11: XPS analýza vzorku čistého Si. Závislost relativní intenzity signálu, která je úměrná počtu detekovaných fotoelektronů, na jejich vazebné energii s vyznačením odpovídajících prvků. Maximum nejvyššího píku vzorků po plasmatickém čištění bylo normováno na intenzitu 1.

Na obr. 7.11 jsou XPS spektra získaná z těchto vzorků. Ve všech případech vzorků po plasmatickém čištění je pozorován pík křemíku přibližně stejné intenzity, stejně tak uhlíku a kyslíku. Spektra vzorků po plasmatickém čištění in situ dusíkem ukazují výrazný pík fluoru, zatímco spektra po plasmatickém čištění argonem ex situ jej neobsahují vůbec nebo jen velmi málo. Je to pravděpodobně způsobeno tím, že některé pohyblivé komponenty ve



Obrázek 7.12: XPS analýza vzorku čistého Si. Detail maxima fotoelektronů z 2p hladiny Si. Maximum nejvyššího píku bylo normováno na intenzitu 1. Křivky čistého Si a čistého Si ponechaného 2 hodiny na vzduchu jsou zcela identické.

vakuové komoře mikroskopu jsou mazány směsí obsahující fluor. Fluor je za pozorovacích podmínek vázán ve směsi, dusíkové plasma však pravděpodobně způsobí jeho vyloučení do vakua a kontaminaci povrchu vzorku.

Obr. 7.12 ukazuje detail píku Si 2p v XPS spektru. Pík čistého Si je maximum na energii přibližně 103,5 eV. Tvar a výška tohoto píku jsou zcela stejné jak pro referenční vzorek, tak pro vzorek čištěný in situ dusíkovým plasmatem. Maxima na energii 108 eV znamenají přítomnost vrstvy SiO₂ tloušťky, která je u píků uvedena (tloušťka byla spočtena postupem popsáním v [10]). Spektrum vzorku čištěného in situ dusíkem vykazuje tyto maxima posunutá na energii 107,5 eV. To by mohlo znamenat přítomnost Si₃N₄. Dusíkový pík je ovšem ve spektru jen velmi slabý. Z toho usuzují, že buď se vrstva Si₃N₄ nachází pod vrstvou SiO₂ (což by vysvětlovalo slabý pík z dusíku), nebo se na povrchu vytvořil oxidnitrid křemíku, kterému by mohlo odpovídat maximum na energii 107,5 eV. Vrstva SiO₂ vznikla reakcí kyslíku ze zbytkové atmosféry v komoře mikroskopu i plasmatické čističky s povrchem Si, která byla podpořena plasmatem.

Čištění argonem způsobí slabou implantaci argonových iontů do povrchu, jak je zřejmé z velmi slabého signálu z argonu.

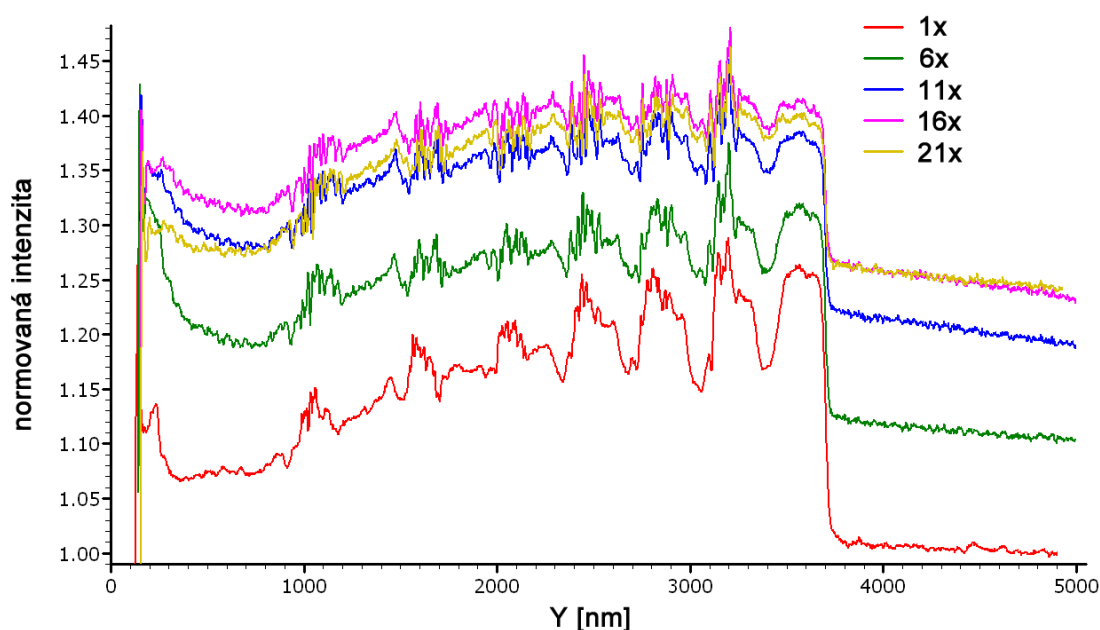
Jak je patrné z obr. 7.12, všechny vzorky po plasmatickém čištění mají na povrchu vrstvu oxidu. Tloušťka této vrstvy je nezávislá na délce plasmatického čištění in situ dusíkovým plasmatem a vzniká též při použití argonového plasmatu. Ze spektra Si na obr. 7.12 je zřejmé, že oxidová vrstva pozorovaná na vzorcích podrobených plasmatickému čištění vznikla interakcí vzorku s plasmatem a nikoliv během přenosu vzorku na vzduchu. V opačném případě by byl SiO₂ detekován i na vzorku ponechaném 2 hodiny na vzduchu, což se nepotvrdilo. Zvolený způsob leptání tedy účinně zabránil kontaminaci povrchu během manipulace se vzorkem na vzduchu.

7.5 Analýza kontaminace povrchu rastrováním a její vliv na emisi SE

Experimentálně bylo zjištěno, že opakovaným rastrováním klesá normovaná intenzita v obraze štípaného vzorku (viz obr. 7.5), zatímco u štípaného vzorku po plasmatickém čištění in situ dusíkovým plasmatem delším než 1 min roste (viz obr. 7.7).

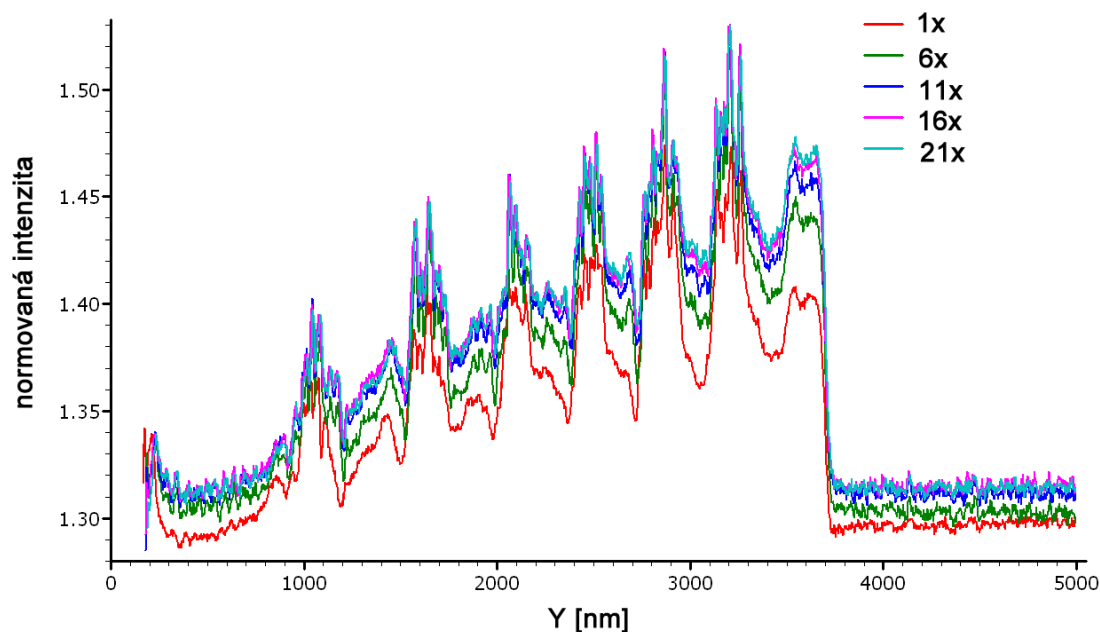
Pro detailnější analýzu toho jevu byl proveden experiment, při kterém bylo $21\times$ rastrováno po povrchu čerstvě štípnutém a čerstvě štípnutém po plasmatickém čištění in situ délky 5 min. Obrazy byly zpracovány obvyklým způsobem s tím rozdílem, že jako referenční byla zvolena oblast n-dopovaného substrátu při prvním rastrování bez plasmatického čištění a to pro všechny obrazy (všechny obrazy jsou tedy normovány na stejnou hodnotu). Tím je možné zjistit změnu intenzity celého obrazu během přibývajících počtu rastrování a posoudit tak celkové chování povrchu. Vertikální profily normovaných obrazů v jednotlivých případech jsou na obr. 7.13 a 7.14. Je třeba upozornit na to, že kvůli odlišnému normování nelze tyto profily srovnávat s grafy na obr. 7.5 a 7.7.

Ani při jednom z mnoha štípání se nepodařilo štípnout vzorek tak, aby byl povrch lomu čistě hladký bez jakýchkoliv lomových struktur. Vzorky byly postupným štípáním stále menší a štípání čím dál obtížnější. Lom v případě obr. 7.13 a 7.14 vytvořil prostorové proužky, které zvýšily intenzitu v obraze SE v daném řádku díky topografickému kontrastu (viz kap. 4.2). Proto vypovídací hodnotu v grafech na těchto obrázcích má pouze normovaná intenzita nejvíce p-dopované vrstvy a ostatními dopovanými vrstvami se nebude v analýze zabývat.



Obrázek 7.13: Vliv velkého množství rastrování na normovanou intenzitu v obraze dopovaných vrstev štípaného vzorku. Jako referenční byla zvolena oblast n-dopovaného substrátu při prvním rastrování. Tlak v komoře mikroskopu $(1,3 - 1,4) \cdot 10^{-4}$ Pa.

Srovnáme-li normovanou intenzitu nejvíce dopované vrstvy na obr. 7.13 a 7.14 po 21 rastrováních, pak zjistíme, že u štípaného vzorku je přibližně 1,42 a u štípaného po plasmatickém čištění 1,47. To je při počátečních hodnotách 1,25 u pouze štípaného vzorku



Obrázek 7.14: Vliv velkého množství rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku po plasmatickém čištění trvajícím 5 min in situ dusíkovým plasmatem. Jako referenční byla zvolena oblast n-dopovaného substrátu při prvním rastrování bez plasmatického čištění. Tlak v komoře mikroskopu $(1,4 - 1,5) \cdot 10^{-4}$ Pa.

a 1,40 po plasmatickém čištění velmi malý rozdíl. Zatímco u vzorku po plasmatickém čištění téměř nedošlo mezi 16. a 21. rastrováním k nárůstu normované intenzity, u pouze štípaného je tento nárůst výraznější. Lze tedy předpokládat, že po velkém počtu rastrování by byly normované intenzity v obou případech stejné. Z toho lze vyvodit závěr, že v obou případech na povrchu opakovaným rastrováním roste uhlíková vrstva a normovaná intenzita 1,47 odpovídá intenzitě, která by byla detekována z uhlíkového vzorku v případě normování stejnou hodnotou.

Tímto experimentem bylo potvrzeno, že opakovaným rastrováním po povrchu štípaného vzorku i podrobeného plasmatickému čištění delšímu než 1 min na povrchu roste uhlíková vrstva. Snížení intenzity normované na n-dopovaný substrát každého obrazu i kontrastu dopovaných vrstev u štípaného vzorku je zapříčiněno detekcí SE pocházejících z této uhlíkové vrstvy. Plasmatické čištění delší než 1 min kontaminaci uhlíkem nezabrání. Vzhledem k tomu, že intenzita obrazu normovaná na n-dopovaný substrát každého obrazu je v tomto případě nižší než v případě uhlíkové vrstvy, intenzita s počtem rastrování roste, dokud nedosáhne hodnoty pro uhlík.

7.5.1 Vliv tlaku v komoře mikroskopu na plasmatické čištění

Experiment popsáný v této kapitole výše byl proveden také za vyššího pracovního tlaku v komoře mikroskopu, aby bylo možno posoudit, jak důležitou roli hraje tlak v komoře pro plasmatické čištění. Před plasmatickým čištěním byl tlak v komoře $(3,7 - 3,2) \cdot 10^{-4}$ Pa (interval tlaků mezi prvním a posledním obrazem v sérii). Potom byl plasmatický výboj zapálen za vyššího tlaku než při ostatních experimentech, což ovlivnilo výsledek plasmatického čištění. Tlak v komoře mikroskopu při snímání obrazů po plasmatickém

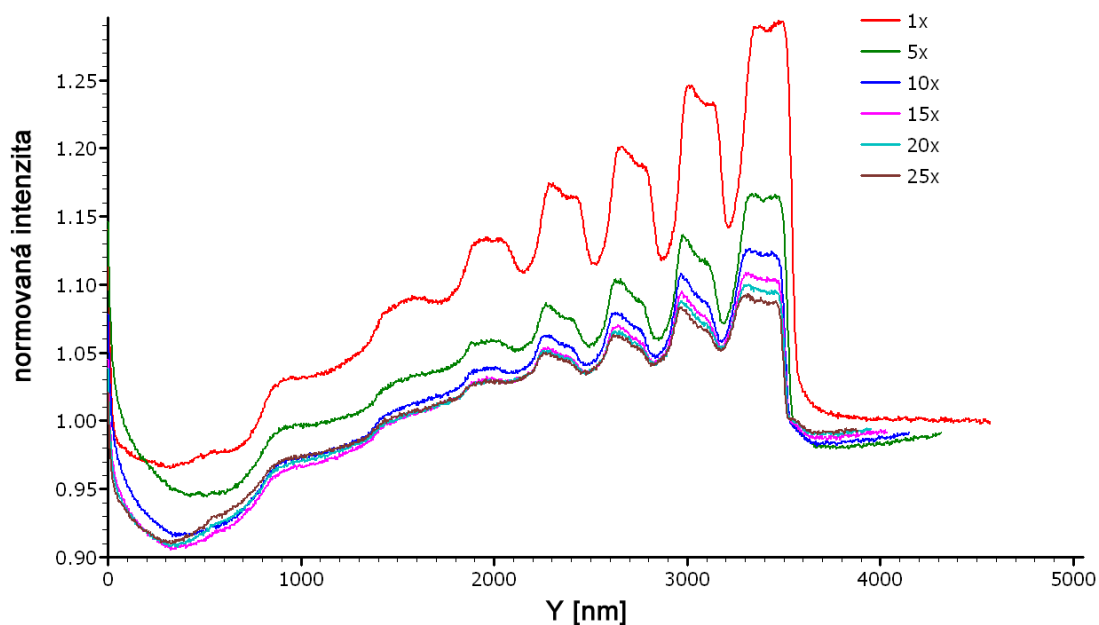
čištění délky 5 min byl $(6, 2 - 3, 5) \cdot 10^{-4}$ Pa. V tomto případě se podařilo štípnout vzorek tak, že byl povrch lomu bez lomových struktur a je možné pozorovat změnu intenzity v celém obrazu SE.

Na obr. 7.15 jsou vertikální profily obrazů vytvořených 1., 5., 10., 15., 20. a 25. rastrováním. Vidíme, že intenzita nejvíce dopované vrstvy klesla z 1,30 při prvním rastrování na 1,08 při 25. rastrování. Kontrast dopovaných vrstev byl při prvním rastrování 0,064 a při 25. rastrování 0,031. Na obr. 7.16 jsou stejné vertikální profily jako na obr. 7.15 s tím, že jako referenční byla ve všech obrazech použita oblast n-dopovaného substrátu při prvním rastrování. Vidíme, že normovaná intenzita klesla mezi 1. a 5. obrazem a poté rostla až na hodnotu 1,35 při 25. rastrování, což je v souladu s obr. 7.13 s tím rozdílem, že intenzita rostla pomaleji.

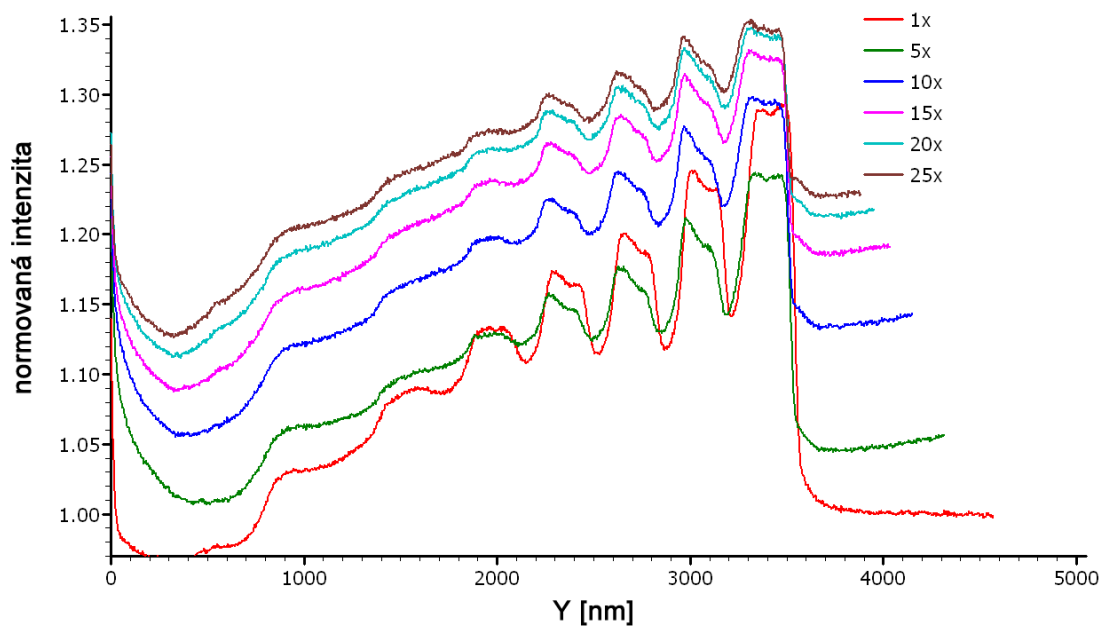
Na obr. 7.18 jsou vertikální profily normovaných obrazů po plasmatickém čištění délky 5 min. Ve všech obrazech byla při normování použita jako referenční oblast n-dopovaného substrátu obrazu vytvořeného při prvním rastrování před plasmatickým čištěním. Kontrast dopovaných vrstev klesl z 0,036 při 1. rastrování na 0,025 při 25. rastrování. Překvapivě normovaná intenzita nejvíce p-dopované vrstvy byla při prvním rastrování pouze 1,10, zatímco po plasmatickém čištění za nižšího tlaku byla 1,40 (viz obr. 7.14). Normovaná intenzita s rostoucím počtem rastrování rostla až na hodnotu 1,18 při 25. rastrování, což je hodnota velmi odlišná od 1,47 pozorované na 21. obrazu po plasmatickém čištění za nižšího tlaku.

Důvod značného rozdílu intenzit v normovaných obrazech po velkém počtu rastrování pozorovaných na obr. 7.14 a 7.18 je zřejmý z obr. 7.17, na kterém jsou vertikální profily z obr. 7.18 normované na n-dopovaný substrát daného obrazu (tedy standardní normování použité na většině profilů zobrazených v této práci). Normovaná intenzita v obrazu s rostoucím počtem rastrování klesala, což je trend pozorovaný u pouze štípaného vzorku a u štípaného vzorku po plasmatickém čištění délky 1 min. Po delším čištění intenzita rostla. Tuto změnu připisuji vyššímu tlaku v komoře při plasmatickém výboji. Normovaná intenzita v obrazu výrazně poklesla z hodnoty 1,30 před plasmatickým čištěním na hodnotu 1,18 po plasmatickém čištění a rastrováním po vyčištěném vzorku dále klesala.

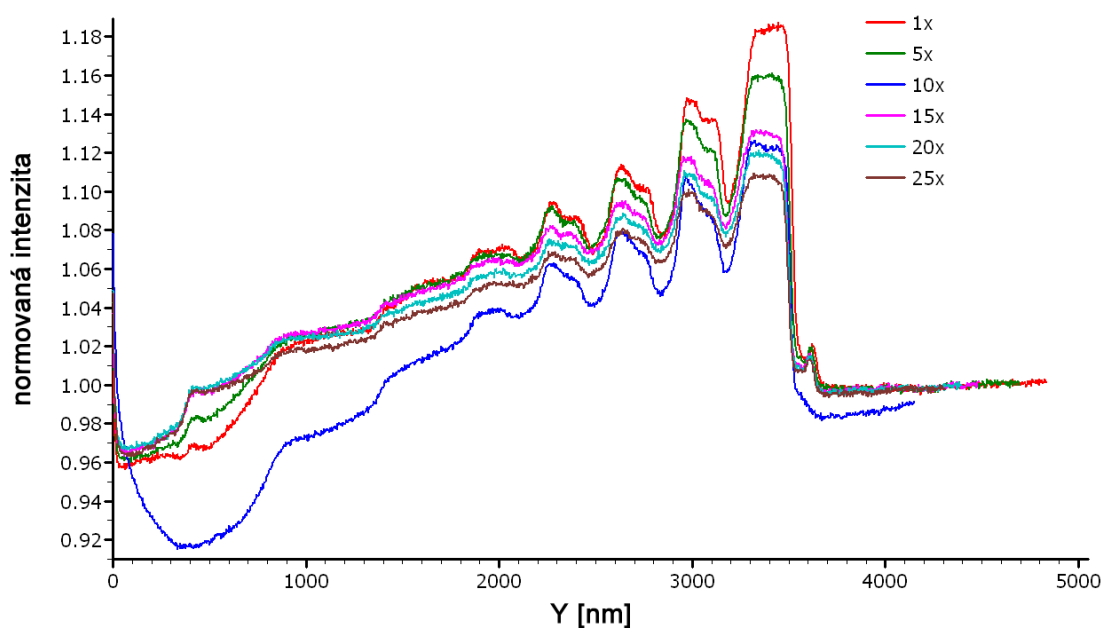
Z výsledku tohoto experimentu je zřejmé, že zvýšení tlaku ve vakuové komoře mikroskopu ovlivní charakter plasmatického výboje, což má za následek zvýšení emise SE při prvním rastrování po plasmatickém čištění. Opakované rastrování po vzorku způsobí pokles normované intenzity v obrazu SE narozdíl od opakovaného rastrování po vzorku čištěném delší dobu za nižšího tlaku, kdy normovaná intenzita rostla. Pro dosažení výsledků prezentovaných v kap. 7.4 je tedy nutné, aby v komoře mikroskopu byl tlak přibližně $1, 2 \cdot 10^{-4}$ Pa.



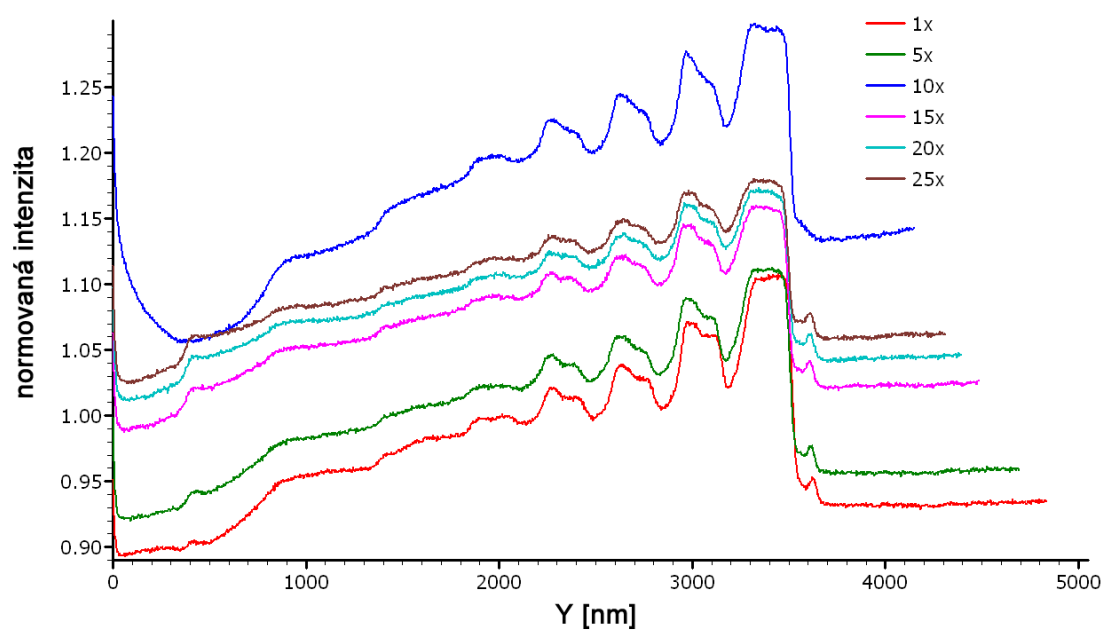
Obrázek 7.15: Vliv velkého množství rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku. Jako referenční byla zvolena oblast n-dopovaného substrátu daného obrazu. Tlak v komoře mikroskopu $(3,7 - 3,2) \cdot 10^{-4}$ Pa.



Obrázek 7.16: Vliv velkého množství rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku. Jako referenční byla zvolena oblast n-dopovaného substrátu při prvním rastrování. Tlak v komoře mikroskopu $(3,7 - 3,2) \cdot 10^{-4}$ Pa.



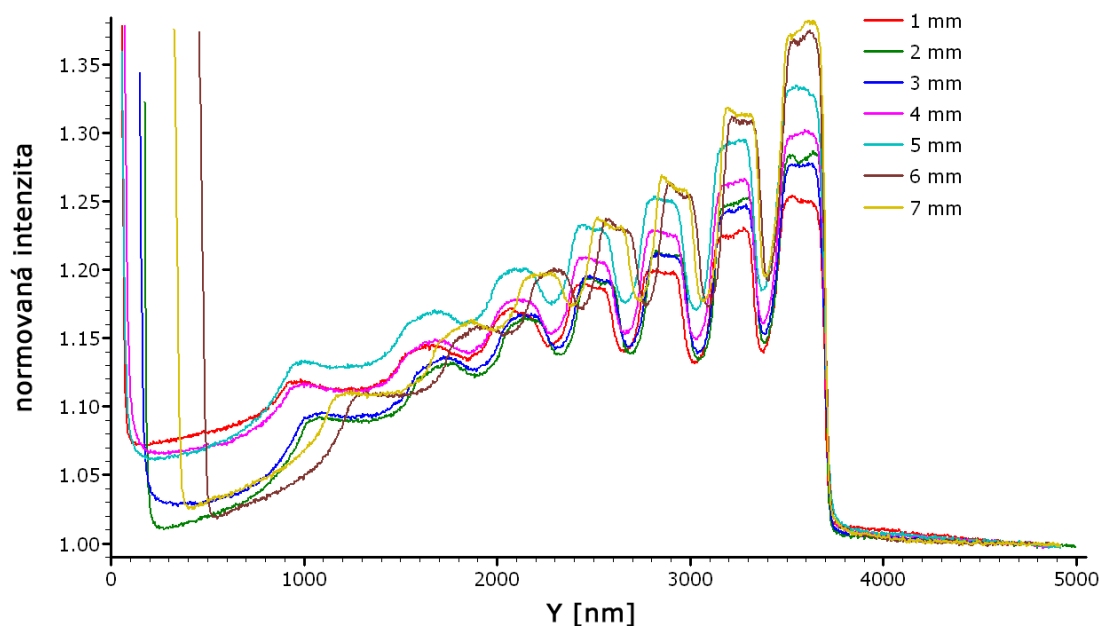
Obrázek 7.17: Vliv velkého množství rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku po plasmatickém čištění trvajícím 5 min in situ dusíkovým plasmatem. Jako referenční byla zvolena oblast n-dopovaného substrátu daného obrazu. Tlak v komoře mikroskopu $(6,2 - 3,5) \cdot 10^{-4}$ Pa.



Obrázek 7.18: Vliv velkého množství rastrování na normovanou intenzitu v obrazu dopovaných vrstev štípaného vzorku po plasmatickém čištění trvajícím 5 min in situ dusíkovým plasmatem. Jako referenční byla zvolena oblast n-dopovaného substrátu při prvním rastrování bez plasmatického čištění. Tlak v komoře mikroskopu $(6,2 - 3,5) \cdot 10^{-4}$ Pa.

7.6 Vliv pracovní vzdálenosti na kontrast různě dopovaných oblastí

Chee et al. [8] na základě numerických výpočtů uvádí, že s rostoucí pracovní vzdáleností roste kontrast různě dopovaných vrstev v polovodičích. Provedla jsem experiment se štípaným vzorkem, jehož účelem bylo zjistit optimální pracovní vzdálenost tak, aby kontrast dopovaných vrstev byl co největší.



Obrázek 7.19: Vliv pracovní vzdálenosti na normovanou intenzitu v obrazu štípaného vzorku. Pro lepší srovnání byly křivky byly posunuty tak, aby největší gradient intenzity určující rozhraní substrát - nejvíce p-dopovaná vrstva byl vždy v bodě $Y = 3700$ nm.

Byly pořízeny obrazy dopovaných vrstev štípaného vzorku pro pracovní vzdálenosti od 1 mm do 7 mm, což je největší hodnota, pro kterou bylo možno zaostřit obraz v Ultrahigh resolution módu. Na obr. 7.19 vidíme, že s rostoucí pracovní vzdáleností roste normovaná intenzita v obrazu, což se odráží v rostoucím kontrastu, jak je zřejmé z tabulky 7.2. Každý obraz byl pořízen na jiném místě vzorku, která svírala různé úhly s elektronovým svazkem. Proto mají dopované vrstvy při každém měření jinou šířku. Hlavním důvodem různé naměřené šířky ovšem je, že mikroskop, na kterém jsem měření prováděla, nebyl zkalibrován na všechny pracovní vzdálenosti. Standardní pracovní vzdálenost je 4 mm, proto byl mikroskop zkalibrován jen v okolí této vzdálenosti.

1 mm	2 mm	3 mm	4 mm	5 mm	6 mm	7 mm
0,033	0,048	0,044	0,046	0,049	0,063	0,064

Tabulka 7.2: Kontrast dopovaných vrstev při různých pracovních vzdálenostech

Jako nejvhodnější považuji použití pracovní vzdálenosti 6 mm za předpokladu, že je mikroskop na tuto vzdálenost zkalibrován. To ovšem nebyl můj případ, proto jsem při měření používala standardně používanou vzdálenost 4 mm. Kontrast dopovaných vrstev

při vzdálenosti 7 mm je téměř stejný, ale mikroskop je v této pracovní vzdálenosti na pokraji svých zobrazovacích možností, což se může projevit ve zhoršené kvalitě obrazu.

7.7 Řez pomocí FIB

Fokusem iontovým svazkem můžeme vytvořit příčný řez na libovolném místě vzorku a ten poté pozorovat elektronovým svazkem. Tento postup sice umožňuje analyzovat libovolné předem zvolené místo, nelze jej však pozorovat elektronovým svazkem kolmo na povrch řezu. Tím jsou pak ovlivněny pozorované rozměry struktur v rovině řezu. Protože je však úhel dopadu elektronového svazku přesně znám, je možné pozorované rozměry přepočítat na skutečné. V případě mnou používaného vzorku není místo analýzy podstatné. Proto byl prováděn řez na okraji lomové stěny vzorku, čímž bylo umožněno pozorování elektronovým svazkem dopadajícím kolmo na povrch. Vzorek byl umístěn na šikmou plochu **b** držáku vzorku (viz obr. 7.2) nakloněnou o 45° . Náklonem o 7° bylo docíleno kolmého dopadu FIB na povrch, náklonem o 45° dopadal elektronový svazek kolmo na povrch.

7.7.1 Postup přípravy povrchu pomocí FIB

Při přípravě povrchu pomocí FIB je nutné provést hrubý tlustší řez ionty urychlenými vysokým napětím a ten pak dolešťovat ionty pomalejšími. Aby byla tloušťka amorfni vrstvy, kterou FIB na povrchu vytvoří, co nejmenší, je nutné, aby energie iontů konečného leštění byla co nejmenší. Vzhledem k tomu, že se pozorovaná struktura nachází ihned pod povrchem, je třeba nanést před řezáním FIB ochrannou platinovou vrstvu. Postup přípravy povrchu je následující.

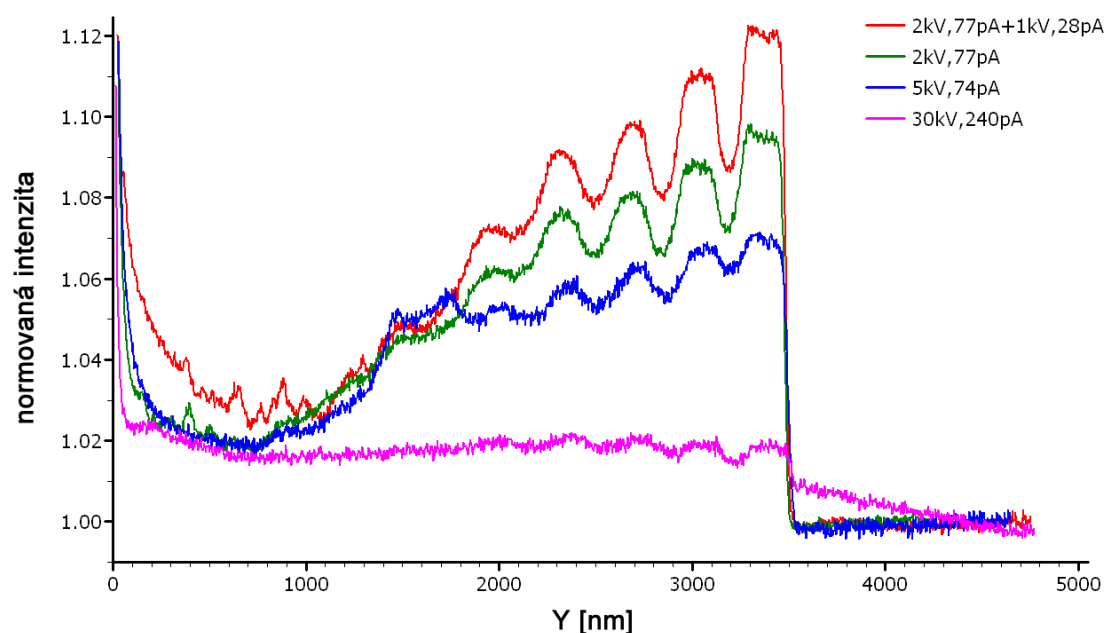
- Náklon držáku se vzorkem o 7° , což zajistí kolmý dopad FIB na vzorek (FIB dopadá na vzorek pod úhlem 52° vzhledem k horizontální rovině mikroskopu).
- Nanesení ochranné platinové vrstvy
Na povrch je nanesena obdélníková vrstva Pt tloušťky $1 - 2 \mu\text{m}$ pomocí FIB s urychlovacím napětím 30 kV a proudem 2,5 nA. V případě mnou používaného mikroskopu FEI Helios se jako organokovová molekula používá methyl-cyklopentadienyl-platinum-trimethyl (MeCpPtMe_3).
- Řez „regular cross section“ (tzv. RCS, označení v ovládacím programu mikroskopu FEI Helios) FIB s urychlovacím napětím 30 kV a proudem 21 nA, hloubka řezu $20 \mu\text{m}$. Při řezu RCS se FIB pohybuje v řádcích celé ploše, která má být odprášena. Až se dostane na konec plochy, začne znovu od začátku a to tak dlouho, dokud řez nemá zvolenou hloubku.
- Řez „cleaning cross section“ (tzv. CCS, označení v ovládacím programu mikroskopu FEI Helios) FIB s urychlovacím napětím 30 kV a proudem 9,3 nA, hloubka řezu $20 \mu\text{m}$. Při řezu CCS se FIB pohybuje stále v jednom řádku zvolené šířky, dokud nemá řez danou tloušťku. Poté se posune o jeden řádek a opět rastruje tak dlouho, dokud není řez dostatečně hluboký. Takto se FIB pohybuje v řádcích do okamžiku, kdy má řez nastavené parametry.
- Řez CCS FIB s urychlovacím napětím 30 kV a proudem 430 pA, hloubka řezu $20 \mu\text{m}$.

- Řez CCS FIB s urychlovacím napětím 5 kV a proudem 68 pA, hloubka řezu 20 μm .
- Řez CCS FIB s urychlovacím napětím 2 kV a proudem 77 pA, hloubka řezu 20 μm .
- Řez CCS FIB s urychlovacím napětím 1 kV a proudem 28 pA, hloubka řezu 20 μm .

V některých případech řezání FIB s nízkým urychlovacím napětím je vhodné naklonit držák o více než 7° , čímž dojde ke kompenzaci kuželovitého tvaru svazku. Před pozorováním elektronovým svazkem otočíme držák vzorku o 45° . Potom elektronový svazek dopadá kolmo na rovinu řezu.

7.7.2 Vliv energie FIB závěrečného leštění na kontrast dopovaných vrstev

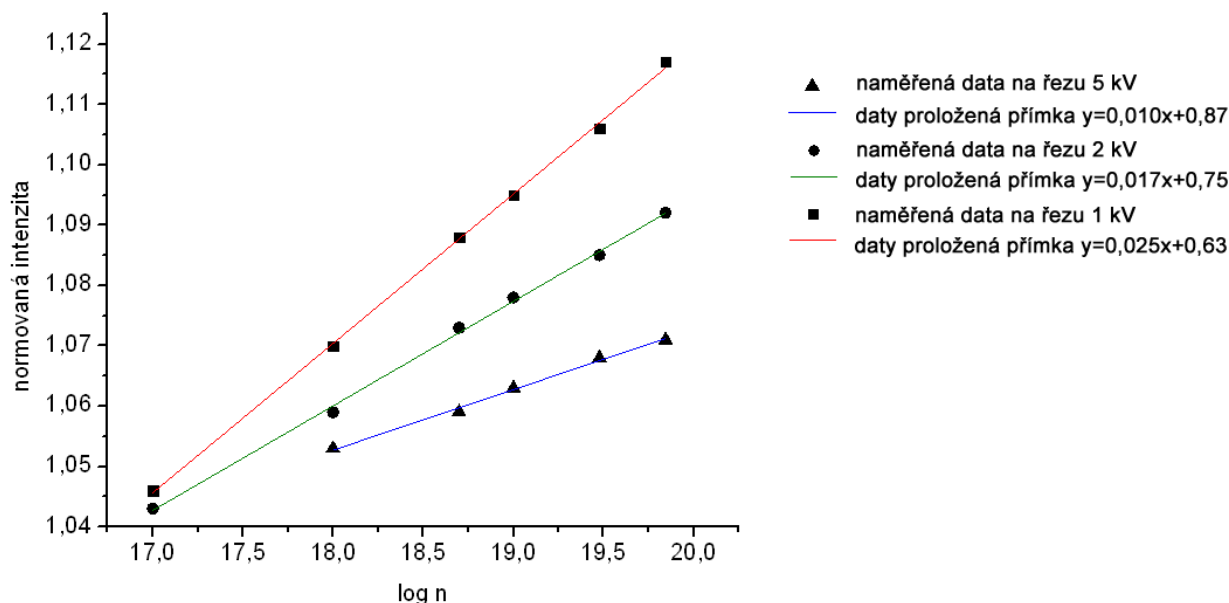
Jak již bylo uvedeno v kap. 5.2.2, kontrast různě dopovaných oblastí při použití FIB s urychlovacím napětím vyšším než 10 kV je velmi nízký. To lze velice dobře pozorovat na vertikálním profilu normovaného obrazu řezu 30 kV FIB uvedeném na obr. 7.20. Lze zde rozeznat pouze 5 nejvíce dopovaných vrstev a kontrast dopovaných vrstev je dokonce záporný, což znamená, že méně p-dopované vrstvy jsou v obrazu světlejší než více p-dopované, což odporuje teoriím. Je to způsobeno amorfni vrstvou na povrchu řezu výrazně tlustší než je informační hloubka detekovaných SE (viz kap. 5.2.2).



Obrázek 7.20: Srovnání vertikálních profilů normovaného obrazu řezu připraveného pomocí FIB s urychlovacím napětím závěrečného řezu 30 kV, 5 kV, 2 kV a 1 kV.

Značné zlepšení způsobí leštění řezu připraveného 30 kV FIB pomocí FIB urychleného napětím 5 kV (viz obr. 7.20). Viditelných je všech 7 vrstev (i když intenzita 2 nejméně dopovaných je překvapivě vysoká) a kontrast dopovaných vrstev je 0,010. Snižování energie FIB má za následek další zvýšení kontrastu dopovaných vrstev a jejich pozorovatelnost na obrazu SE pouhým okem, což na řezu 30 kV a 5 kV FIB není možné. Většinou je viditelný pouze přechod n-dopovaný substrát - nejvíce p-dopovaná vrstva. Na obr. 7.20

je srovnání vertikálních profilů normovaného obrazu řezu dopovaných vrstev s postupně se snižující energií FIB závěrečného leštění, z něhož je tento trend jasně zřejmý. Obr. 7.21 pak ukazuje analýzu kontrastu z těchto profilů. Kontrast dopovaných vrstev na obrazu řezu 2 kV FIB je již 0,017 a řezu 1 kV FIB 0,025. Je to největší hodnota, které se podařilo na obrazu řezu FIB nijak dále nepozměněného dosáhnout.



Obrázek 7.21: Závislost normované intenzity v obrazech řezů 5 kV, 2 kV a 1 kV FIB v místě dopovaných vrstev na logaritmu dopování jednotlivých vrstev – maxima píků na obr. 7.20 udávají body naměřených dat v grafech. Proložením přímek těmito závislostmi byl zjištěn kontrast dopovaných vrstev 0,010 pro 5 kV FIB, 0,017 pro 2 kV FIB a 0,025 pro 1 kV FIB. U 5 kV řezu nebyly analyzovány 2 nejméně dopované oblasti, jelikož jejich normovaná intenzita silně vybočuje z lineární závislosti, čímž by hodnotu ovlivnily.

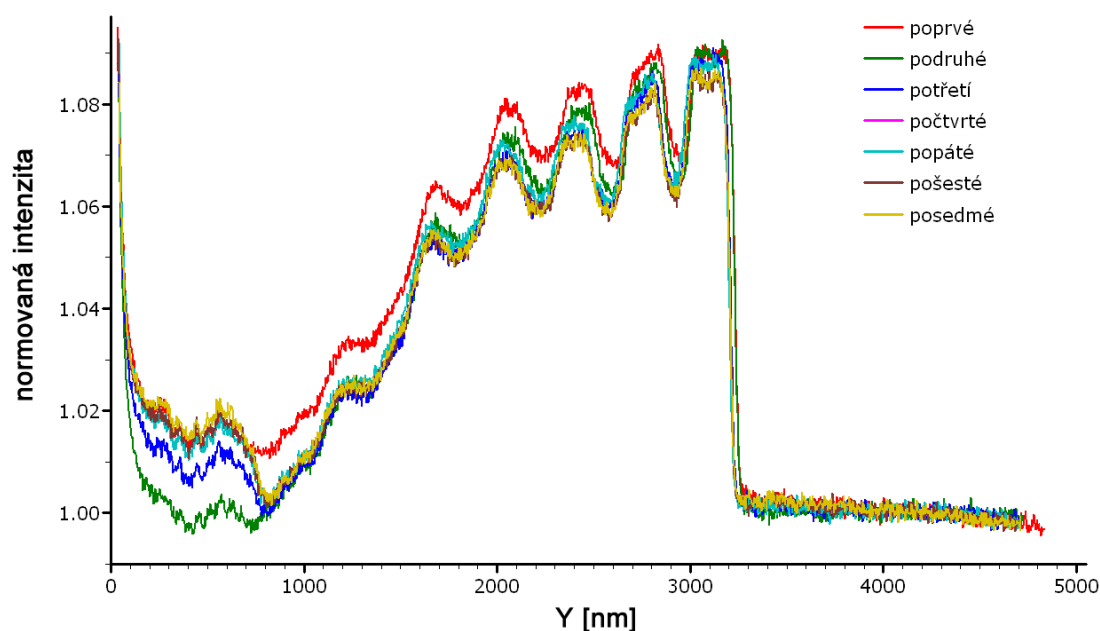
7.7.3 Vliv opakovaného rastrování elektronovým svazkem po povrchu připraveném FIB na emisi SE

Experimentálně bylo zjištěno, že povrch řezu FIB je podstatně méně náchylný ke kontaminaci rastrováním elektronovým svazkem po povrchu než povrch lomu štípaného vzorku.

Na obr. 7.22 je vertikální profil 7 normovaných obrazů dopovaných vrstev na povrchu řezu připraveném 2 kV FIB o proudu 190 pA. Normovaná intenzita nejvíce dopované vrstvy se téměř nemění, u ostatních vrstev klesá jen velmi pomalu. Viditelnost jednotlivých vrstev (tedy jejich rozeznatelnost od nedopovaných mezivrstev) zůstává stejná narozdíl od opakovaného pozorování lomu štípaného vzorku (viz obr. 7.5 na str. 37).

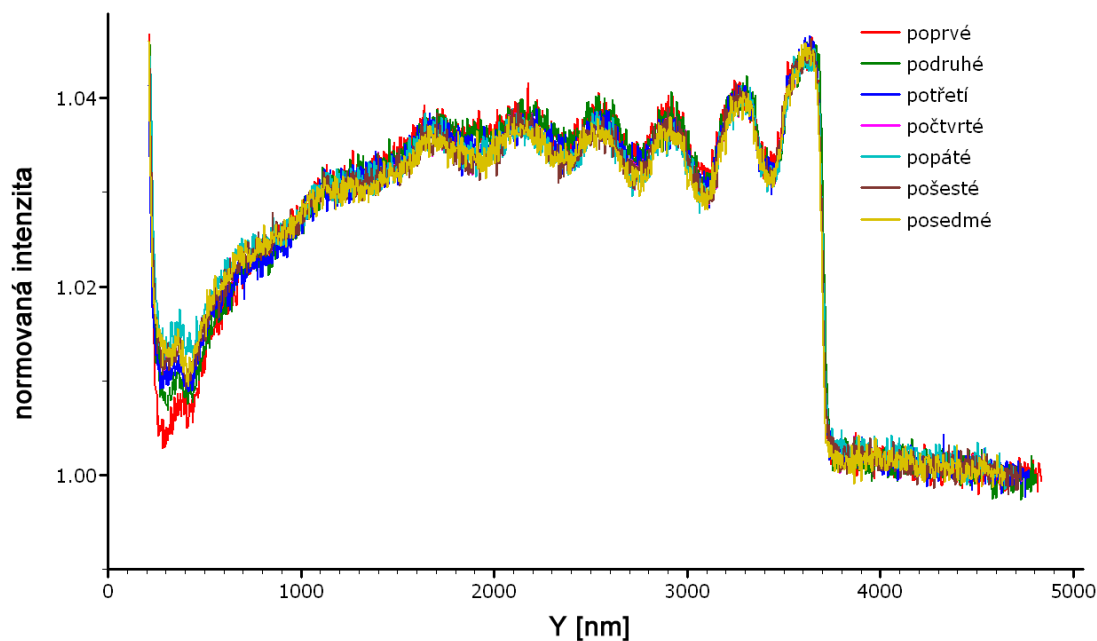
7.7.4 Plasmatické čištění in situ po povrchu připraveném FIB a jeho vliv na emisi SE

Na obr. 7.23 je vertikální profil 7 normovaných obrazů dopovaných vrstev na povrchu řezu připraveném 2 kV FIB o proudu 72 pA po plasmatickém čištění délky 1 min a na obr. 7.24 délky 2 min. Intenzita v obrazech řezu čištěného 1 min je podstatně menší

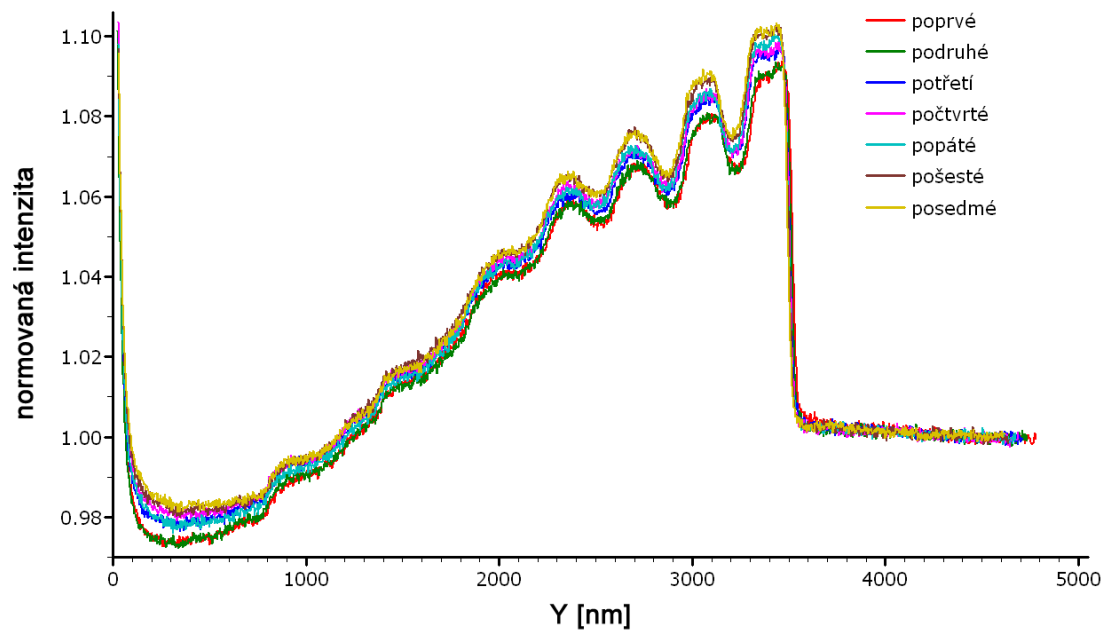


Obrázek 7.22: Vliv opakovaného rastrování po povrchu řezu připraveném 2 kV FIB o proudu 190 pA na vertikální profil normovaného obrazu tohoto řezu.

než u řezu čistěného 2 min. Tento rozdíl je pravděpodobně způsoben horší kvalitou řezu FIB v případě řezu na obr. 7.23. Podstatné ovšem je, že v obou případech se intenzita v obrazu téměř nemění s rostoucím počtem rastrování. Plasmatické čištění délky 2 min nezhoršilo normovanou intenzitu v obrazu SE a zároveň umožnilo opakované rastrování po povrchu řezu beze změny intenzity v obrazu SE.



Obrázek 7.23: Vliv opakovaného rastrování po povrchu řezu připraveném 2 kV FIB o proudu 72 pA po plasmatickém čištění in situ 1 min na vertikální profil normovaného obrazu tohoto řezu.



Obrázek 7.24: Vliv opakovaného rastrování po povrchu řezu připraveném 2 kV FIB o proudu 72 pA po plasmatickém čištění in situ 2 min na vertikální profil normovaného obrazu tohoto řezu.

Plasmatické čištění řezů FIB je tedy vhodné použít před pozorováním elektronovým svazkem. Nedojde ke zhoršení kontrastu narozdíl od štípaného vzorku a je možné opakovaně rastrovat elektronovým svazkem po povrchu řezu beze změny intenzity obrazu SE kontaminací povrchu.

Kapitola 8

Závěr

Cílem této diplomové práce bylo na základě experimentů nalézt nejvhodnější metodu přípravy polovodičových vzorků pro pozorování dopovaných struktur v rastrovacím elektronovém mikroskopu pomalými elektrony. Na mikroskopu FEI Helios 450S byly prováděny experimenty na vzorku sestávajícího se z n-dopovaného křemíkového substrátu, na kterém byly p-dopované vrstvy křemíku s různou (známou) koncentrací dopantů oddělené vrstvami nedopovaného křemíku.

Bylo zjištěno, že štípání je metoda, díky které dosáhneme největšího kontrastu dopovaných vrstev. Bohužel však nedokážeme ovlivnit místo lomu, čímž je znemožněn přesný výběr místa pozorování. Pomocí fokusovaného iontového svazku můžeme vytvořit řez na povrchu kdekoliv. Obraz povrchu tohoto řezu má však mnohem horší kontrast a méně dopované vrstvy nejsou často okem pozorovatelné. Zásadní vliv na kontrast pozorovaný v obrazu řezu FIB má urychlovací napětí závěrečného leštění pomocí FIB. Čím je energie FIB menší, tím je kontrast dopovaných vrstev větší. Ideální je proto při řezání FIB postupně snižovat urychlovací napětí FIB provádějícího řez až na 1 kV. Takto je možno dosáhnout maximálního kontrastu v obrazu dopovaných struktur na povrchu připraveného FIB.

Výhoda přípravy povrchu pomocí FIB spočívá v tom, že povrch je výrazně méně náchylný na kontaminaci uhlíkem opakovaným pozorováním stejného místa na vzorku elektronovým svazkem. Povrch lomu štípaného vzorku je velice reaktivní a každé rastrování po povrchu znamená výraznou změnu intenzity v obrazu i pozorovaného kontrastu dopovaných vrstev. Pokud ovšem štípaný vzorek podrobíme plasmatickému čištění in situ po dobu 1 min před pozorováním elektronovým svazkem, intenzitu v obrazu tím příliš nezměníme, povrch se však stane méně náchylným na kontaminaci opakovaným rastrováním. Bylo také vyzkoušeno plasmatické čištění štípaného vzorku ex situ argonovým plasmatem v plasmatické čističce, toto čištění však nemá pozitivní vliv na odolnost povrchu vůči opakovanému rastrování, pouze výrazně sníží kontrast dopovaných vrstev. Plasmatické čištění povrchu řezu připraveném FIB mírně zlepší jeho odolnost vůči opakovanému rastrování, ta je ovšem i bez plasmatického čištění dostatečná.

Byla provedena analýza vrstev vzniklých plasmatickým čištěním rentgenovou spektroskopií. Bylo zjištěno, že plasmatické čištění in situ i ex situ způsobí oxidaci povrchu, což je dáno přítomností kyslíku ve zbytkové atmosféře. Plasmatické čištění ex situ argonovým plasmatem způsobí jen velmi slabou kontaminaci argonem. Plasma při plasmatickém čištění in situ je z větší části tvořeno dusíkovými ionty, proto zřejmě dochází ke tvorbě nitridu, příp. oxidnitridu křemíku, nikoliv však dusíkové vrstvy. Překvapivě také dochází ke kontaminaci fluorem, který se uvolňuje z mazací směsi používané ve vakuovém systému

mikroskopu.

Jednoznačně nejlepší metodu přípravy vzorků pro pozorování dopovaných polovodičů v LVSEM určit nelze. Nejlepšího kontrastu dosáhneme štípáním, které je vhodné použít v případě vzorků s podpovrchovou strukturou dostatečné velikosti (vrstvy) a méně dopovaných struktur, které by při přípravě FIB byly obtížně pozorovatelné. Jestliže předpokládáme opakované pozorování určitého místa na vzorku, pak je vhodné ještě před pozorováním provést plasmatické čištění in situ v délce 1 min. V ostatních případech, kdy je potřeba pozorovat přesně určené místo na vzorku, provedeme v daném místě řezy pomocí FIB a postupně snižujeme urychlovací napětí iontového svazku při jednotlivých řezech až na 1 kV.

Literatura

- [1] BÁBOR, P. – POTOČEK, M. – ŠIKOLA, T., Metoda SIMS v Laboratoři povrchů a tenkých vrstev ÚFI. Studijní text Ústavu fyzikálního inženýrství Fakulty strojního inženýrství Vysokého učení technického v Brně. <http://www.physics.fme.vutbr.cz/files/SpecPraktIIB/SIMS.pdf>
- [2] BARRETT, M. et al. 2-D dopant profiling in VLSI devices using dopant-selective etching: an atomic force microscopy study. *IEEE Electron Device Letters*, 1995, vol. 16, issue 3, s. 118 - 120. ISSN 0741-3106.
- [3] BARNA, A. – PÉCZ, B., – MENYHARD, M. Amorphisation and surface morphology development at low-energy ion milling. *Ultramicroscopy*, 1998, vol. 70, no. 3, s. 161 - 171. ISSN 0304-3991.
- [4] BEADLE, W. E. – TSAI, J. C. C. – PLUMMER, R. D., *Quick Reference Manual for Silicon Integrated Circuit Technology*, 1985, John Wiley and Sons, New York. 736 s. ISBN 0471815888.
- [5] DROUIN, D. et al. CASINO V2.42—A Fast and Easy-to-use Modeling Tool for Scanning: Electron Microscopy and Microanalysis Users. *Scanning*, 2007, vol. 29, issue 3, s. 92 - 101. ISSN 1932-8745.
- [6] DROUIN, D. et al. *Casino* [počítačový program]. 2001 [cit. 4. 3. 2012] <<http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/>>
- [7] CHAKK, Y. – HORVITZ, D. Contribution of dynamic charging effects into dopant contrast mechanisms in silicon. *Journal of materials Science*, 2006, vol. 41, s. 4554-4560. ISSN 0022-2461.
- [8] CHEE, A. K. W. et al. A quantitative model for doping contrast in the scanning electron microscope using calculated potential distributions and Monte Carlo simulations. *Journal of Applied Physics*, 2011, vol. 109, s. 013109-1-013109-9. ISSN 0021-8979.
- [9] CHUNG, M. – EVERHART, T. E. Simple calculation of energy distribution of low-energy secondary electrons emitted from metals under electron bombardment. *Journal of Applied Physics*, 1974, vol. 45, s. 707 - 709. ISSN 0021-8979.
- [10] ČECHAL, J. *Analýza povrchů a tenkých vrstev využitím fotoelektronové spektroskopie*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2006. 204 s. Disertační práce, školitel Dub, P.

- [11] EL-GOMATI, M. M. – WELLS, T. C. R., Very-low-energy electron microscopy of doped semiconductors. *Applied Physics Letters*, 2001, vol. 79, no. 18, s. 2931-2933. ISSN 0003-6951.
- [12] EL-GOMATI, M. M. et al. Why is it possible to detect doped regions of semiconductors in low voltage SEM: a review and update. *Surface and interface analysis*, 2005, vol. 37, s. 901 - 911. ISSN 0142-2421.
- [13] HAIGHT, R. et al. *Handbook of instrumentation and techniques for semiconductor nanostructure characterisation*. 2011, vol. 2, New Delhi: Imperial College Press India Pvt. Ltd. 680 s. ISBN 978-981-4322-80-5.
- [14] ISABELL, T. C. et al. Plasma cleaning and its applications for electron microscopy. *Microscopy and Microanalysis*, 1999, vol. 5, issue 02, s. 126 - 135. ISSN 1431-9276.
- [15] JEPSON, M. A. E. et al. Progress towards site-specific dopant contrast profiling in the scanning electron microscope. *Journal of Physics: Conference series*, 2010, vol. 209, s. 1-4. ISSN 1742-6596.
- [16] JOY, D. C. – JOY, C. S. Low Voltage Scanning Electron Microscopy, *Micron*, 1996, vol. 27, no. 3-4, s. 247–263. ISSN 0968-4328.
- [17] Joy, D. C. A model for calculating secondary and backscattered electron yields. *Journal of Microscopy*, 1987, vol. 147, issue 1, s. 51 - 64. ISSN 1365-2818.
- [18] KAZEMIAN, P. – RODENBURG, C. – HUMPHREYS, J. C. Effect of experimental parameters on doping contrast of Si p-n junctions in a FEG-SEM. *Microelectronic Engineering*, 2004, vol. 73-74, s. 948-953. ISSN 0167-9317.
- [19] KAZEMIAN, P. et al. Site-specific dopant profiling in a scanning electron microscope using focused ion beam prepared specimens. *Applied Physics Letters*, 2006, vol. 88, no. 21, ISSN 212110.
- [20] KOLÍBAL et al. Stability of hydrogen-terminated vicinal Si(111) surface under ambient atmosphere. *Applied surface science*, 2010, vol. 256, issue 11, s. 3423-3426. ISSN 0169-4332.
- [21] MONTANARI, S. *Fabrication and characterization of planar Gunn diodes for Monolithic Microwave Integrated Circuits*. Aachen: Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Die Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik, 2005. 152 s. Disertační práce, školitel Lüth, H.
- [22] MIKA, F. – FRANK, L. Two-dimensional dopant profiling with low-energy SEM. *Journal of Microscopy*, 2008, vol. 230, Pt 1 2008, s. 76-83. ISSN 1365-2818.
- [23] MUEHLE, U. et al. Characterisation of Dopants Distribution using Electron Holography and FIB-based Lift-off preparation. *Microelectronics reliability*, 2005, vol. 45, s. 1558-1561. ISSN 0026-2714.
- [24] PETROVIC, D. et al. Field-emission SEM imaging of compositional and doping layer semiconductor superlattices. *Ultramicroscopy*, 1995, vol. 58, s. 104-113. ISSN 0304-3991.

- [25] RAU, W. D. et al. Two dimensional mapping of the electrostatic potential in transistors by electron holography. *Physics Review Letters*, 1999, vol. 82, no. 12, s. 2614-2617. ISSN 0031-9007.
- [26] REIMER, L. *Scanning Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis*. 1985, vol. 45. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag. 457 s. ISBN 3-540-13530-8.
- [27] SEALY, C. P. – CASTELL, M. R. – WILSHAW, P. R. Mechanism for secondary electron dopant contrast in the SEM. *Journal of electron microscopy*, 2000, vol. 49, no. 2, s. 311-321. ISSN 0022-0744.
- [28] ŠKODA, D. *Vývoj a testování UHV-kompatibilního mikroskopu AFM/STM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2001. 73 s. Diplomová práce, školitel Šikola, T.
- [29] VENABLES, D. – JAIN, H. – COLLINS, D. C. Secondary electron imaging as a two-dimensional dopant profiling technique: Review and update. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 1998, vol. 16, issue 1, s. 362-366. ISSN 1071-1023.
- [30] VENABLES, D. – MAHER, D. M. 1994, *Proc. 52nd Annual Meeting MSA*, G. W. Bailey and A. J. Garratt-Reed (eds), San Francisco Press, San Francisco, 1024.
- [31] WALKER, C. G. H. – ZAGGOUT, F. – EL-GOMATI, M. M. The role of oxygen in secondary electron contrast in doped semiconductors using low voltage scanning electron microscopy. *Journal of Applied Physics*, 2008, vol. 104, s. 123713-1-123713-6. ISSN 0021-8979.
- [32] YAO, N. *Focused Ion Beam Systems - Basics and Applications*, 2007, Cambridge: Cambridge University Press. 395 s. ISBN 978-0-521-83199-4.

Použité zkratky

AE	Augerův elektron
AFM	mikroskopie atomárních sil (z angl. <i>atomic force microscopy</i>)
BIB	široký iontový svazek (z angl. <i>broad ion beam</i>)
BSE	zpětně odražené elektrony (z angl. <i>backscattered electrons</i>)
DC	kontrast různě dopovaných oblastí (z angl. <i>dopant contrast</i>)
ETD	Everhart-Thornley detektor
FEG	studené vlákno emitující elektrony pomocí silného elektrického pole (z angl. <i>field emission gun</i>)
FIB	fokusuovaný iontový svazek (z angl. <i>focused ion beam</i>)
LVSEM	rastrovací elektronová mikroskopie pomalými elektrony (z angl. <i>low voltage scanning electron microscopy</i>)
PE	primární elektrony
SE	sekundární elektrony
SE1	sekundární elektrony generované dopadajícími elektrony
SE2	sekundární elektrony generované zpětně odraženými elektrony na cestě k povrchu
SEM	rastrovací elektronová mikroskopie (z angl. <i>scanning electron microscopy</i>)
STM	rastrovací tunelová mikroskopie (z angl. <i>scanning tunneling microscopy</i>)
TEM	transmisní elektronový mikroskop
TLD	detektor umístěný v magnetické čočce tvořící objektiv (z angl. <i>through-the-lens detector</i>)
XPS	rentgenová spektroskopie fotoelektronů (z angl. <i>x-ray photoelectron spectroscopy</i>)